



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

---

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
CUAUTILÁN

Construcción, instrumentación y caracterización de  
una columna de destilación reactiva a escala  
laboratorio

**T E S I S**  
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:  
**INGENIERO QUÍMICO**  
P R E S E N T A:  
**OTTMAR GREGORIO SERRANO SCHAUB**

ASESOR: DR. MARTÍN ROGELIO CRUZ DÍAZ  
COASESORA: DRA. ABIGAIL MARTÍNEZ ESTRADA

CUAUTILÁN IZCALLI, EDO. MEX. 2017



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN  
UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES**

FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLÁN

**ASUNTO: VOTO APROBATORIO**

**M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ  
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN  
PRESENTE**

**ATN: I.A. LAURA MARGARITA CORTAZAR FIGUEROA  
Jefa del Departamento de Exámenes Profesionales  
de la FES Cuautitlán.**

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: Trabajo de Tesis

**Construcción, instrumentación y caracterización de una columna de destilación reactiva a escala laboratorio.**

Que presenta el pasante: Ottmar Gregorio Serrano Schaub  
Con número de cuenta: 309280516 para obtener el Título de la carrera: Ingeniería Química

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el **EXAMEN PROFESIONAL** correspondiente, otorgamos nuestro **VOTO APROBATORIO**.

**ATENTAMENTE**  
**"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"**  
Cuautitlán Izcalli, Méx. a 26 de Abril de 2017.

**PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO**

	NOMBRE	FIRMA
<b>PRESIDENTE</b>	Dr. Ricardo Paramont Hernández	
<b>VOCAL</b>	M. en C. Gilberto Atilano Amaya Ventura	
<b>SECRETARIO</b>	Dr. Martín Rogelio Cruz Díaz	
<b>1er. SUPLENTE</b>	I.Q. Paula Álvarez Fernández	
<b>2do. SUPLENTE</b>	M.E. María Teresa Ylizaliturri Gómez Palacio	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

## Resumen

En el presente trabajo, se describen los procedimientos de construcción e instrumentación de una columna de destilación reactiva (CDR) a escala laboratorio; a su vez se presentan y analizan los resultados del estudio de la hidráulica y eficiencia de separación de un metro de empaque estructurado tipo sándwich (similar al Mellapak 500Y), el cual fue construido manualmente y se utilizará en la CDR en las zonas de separación (agotamiento y enriquecimiento).

La construcción del equipo se realizó en la Nave 1000 de Ingeniería Química de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, UNAM. Esta consistió en la instalación del soporte estructural, la adecuación de la instalación eléctrica, el montaje de la columna, a la cual se le introdujo el empaque estructurado, y la instalación de los servicios.

Para la instrumentación se buscó la forma de incorporar la adquisición de los datos, el registro y el control de las variables de proceso a través de un hardware (tarjeta interfase y elementos de medición) y un software (Programa Labview 2015 versión académica) que permitió tener un funcionamiento y control de la columna de forma eficiente.

La caracterización de la columna consistió en el estudio de la hidráulica del empaque estructurado utilizado para la operación de separación, se diseñaron experimentos para encontrar las caídas de presión, el volumen de retención del líquido dentro de la columna, la altura equivalente de plato teórico (HETP), la distribución de tiempos de residencia (DTR) y finalmente se estimaron los coeficientes de transferencia de masa de la fase gas y líquida.

Una vez obtenidos los datos experimentales, se procedió con un análisis de los mismos con el objetivo de encontrar ecuaciones semi-empíricas que describieran de forma satisfactoria las tendencias de los datos experimentales. A través de este análisis se buscó determinar los puntos óptimos de operación de la CDR.

Se encontró que, al no haber llegado al punto de inundación, todo el intervalo de flujo presenta caídas de presión aceptables. Por otro lado, la separación resultó más eficiente en el flujo más elevado, correspondiente a una carga de líquido de  $4.5 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ , mientras que el flujo menos disperso se obtuvo a una carga de  $3.2 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ .

## **Dedicatoria**

A mi mamá por su cariño e inculcar en mí el interés por la Química.

## **Agradecimientos**

A mi familia por el apoyo que me brindaron.

A Celic por acompañarme en tantas cosas estos seis años.

A ICI por enseñarme tanto sobre la instrumentación.

Al señor Draucin por ayudar con nuestras peculiares propuestas.

Al Dr. Martín por su paciencia.

A Mónica por compartir tanto tiempo escribiendo conmigo.

Al "Programa Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica (PAPIIT)" de la UNAM por el apoyo económico otorgado a los proyectos TA100415 y TA101217.

## Índice

Resumen .....	I
Dedicatoria .....	II
Agradecimientos.....	II
Índice.....	1
Lista de figuras .....	3
Lista de tablas .....	3
Nomenclatura .....	4
Símbolos griegos.....	5
Subíndices.....	5
Abreviaciones.....	6
1 Introducción.....	8
2 Antecedentes .....	10
2.1 Destilación convencional .....	10
2.2 Torres empacadas.....	10
2.2.1 Caída de presión en una columna de destilación con empaque estructurado .....	12
2.2.2 Fracción del volumen de retención de líquido .....	13
2.2.3 Altura equivalente al plato teórico (HETP) .....	13
2.3 Destilación reactiva (DR) .....	14
2.4 Instrumentación en una CDR.....	15
2.5 Esquema de Control de una CDR.....	16
2.6 Instrumentación de una CDR.....	16
3 Justificación y objetivos .....	19
3.1 Justificación .....	19
3.2 Objetivos.....	19
3.2.1 Objetivo General.....	19
3.2.2 Objetivos Particulares.....	19
4. Metodología.....	21
4.1 Construcción de empaque estructurado.....	21
4.2 Montaje, Instrumentación y Control de la Columna de Destilación Reactiva (CDR) .....	23
4.3 Caracterización de parámetros hidráulicos y de transferencia de masa.....	27
4.3.1 Caída de Presión .....	27
4.3.2 Regímenes de flujo.....	27
4.3.3 Volumen de retención de líquido .....	28

4.3.4 Características de mezclado de las fases fluidas .....	28
4.3.5 Determinación de la altura equivalente de plato teórico (HETP) .....	28
5. Análisis de resultados.....	31
5.1 Construcción del empaque estructurado.....	31
5.2 Montaje e Instrumentación de la Columna de Destilación Reactiva (CDR) .....	31
5.3 Caídas de presión.....	33
5.4 Distribuciones de tiempo de residencia.....	36
5.5 Altura equivalente de plato teórico (HETP) .....	41
6. Conclusiones.....	48
7. Bibliografía .....	50
Anexo I. Memoria de cálculo .....	53
Cálculos para las caídas de presión .....	53
Cálculos para las DTR.....	54
Cálculos para la HETP .....	60

## Lista de figuras

<b>Figura 1</b> Curva de caída de presión contra factor-F.....	12
<b>Figura 2</b> Curva de eficiencia de separación contra factor F.....	13
<b>Figura 3.</b> Dimensiones y ángulos de las láminas.....	21
<b>Figura 4.</b> Dimensión y arreglo de las perforaciones.....	22
<b>Figura 5</b> Dimensión y arreglo del texturizado.....	22
<b>Figura 6.</b> Cinturón utilizado para sujetar el empaque estructurado.....	23
<b>Figura 7.</b> Diagrama de la CDR instalada.....	24
<b>Figura 8.</b> Divisor de voltaje.....	25
<b>Figura 9.</b> Diagrama del convertidor de voltaje a corriente.....	27
<b>Figura 10.</b> Empaques estructurados construidos.....	31
<b>Figura 11.</b> Columna de destilación reactiva instalada en la Nave-1000.....	32
<b>Figura 12.</b> Estabilización de la masa en el tanque de balance.....	33
<b>Figura 13.</b> Parte del diagrama de bloques utilizado en el control de la CDR.....	33
<b>Figura 14.</b> Caídas de presión experimentales.....	34
<b>Figura 15.</b> Caídas de presión calculada.....	35
<b>Figura 16.</b> Fracción del volumen de retención de líquido total en función del flujo volumétrico de líquido.....	36
<b>Figura 17.</b> Distribuciones de tiempos de residencia normalizadas.....	36
<b>Figura 18.</b> Distribuciones de tiempos de residencia adimensionales y predicciones de los modelos MDA y PEDM.....	39
<b>Figura 19.</b> Variación del coeficiente de dispersión axial con el número de Reynolds.....	40
<b>Figura 20.</b> Relación entre el número de Reynolds y el número de Peclet.....	41
<b>Figura 21.</b> Perfil de temperaturas con $P_v=0.35 \text{ kg/cm}^2$ .....	42
<b>Figura 22.</b> Perfil de temperaturas con $P_v=0.58 \text{ kg/cm}^2$ .....	42
<b>Figura 23.</b> Perfil de temperaturas con $P_v=0.7 \text{ kg/cm}^2$ .....	42
<b>Figura 24.</b> Variaciones del flujo de condensado al tanque de amortiguamiento.....	43
<b>Figura 25.</b> Regímenes de ebullición.....	44
<b>Figura 26.</b> Perfiles de composición.....	45
<b>Figura 27.</b> Variación de la HETP con el factor F.....	46
<b>Figura 28.</b> Distribuciones de tiempos de residencia adimensionales.....	57

## Lista de tablas

<b>Tabla 1.</b> Dimensiones calculadas para las láminas del empaque estructurado.....	21
<b>Tabla 2.</b> Dimensiones del cinturón para el empaque estructurado.....	23
<b>Tabla 3.</b> Valores del tiempo de residencia promedio y desviación estándar.....	37
<b>Tabla 4.</b> Parámetros de los modelos utilizados.....	40

## Nomenclatura

$A_c$  Área transversal, ( $m^2$ )  
 $a_e$  Área efectiva del empaque, ( $m^2 m^{-3}$ )  
 $a_p$  Área específica del empaque, ( $m^2 m^{-3}$ )  
 $B$  Base del empaque estructurado, (cm)  
 $B'$  Base del paralelogramo antes de la corrugación (cm)  
 $C$  Concentración, ( $mol L^{-1}$ )  
 $D_a$  Coeficiente de dispersión axial, ( $m^2 s^{-1}$ )  
 $D_{AB}$  Coeficiente de difusión binario, ( $m^2 s^{-1}$ )  
 $D_e$  Diámetro nominal del empaque estructurado (cm)  
 $D_G$  Coeficiente de difusión para el gas, ( $m^2 s^{-1}$ )  
 $D_L$  Coeficiente de difusión para el líquido, ( $m^2 s^{-1}$ )  
 $D_p$  Diámetro de la perforación (cm)  
 $D$  Diámetro total del empaque estructurado, (cm, m)  
 $e_L$  Espesor de la lámina de acero, (cm)  
 $e_m$  Espesor del cinturón de acero, (cm)  
 $F$  Factor  $f$ , parámetro de flujo de vapor, ( $Pa^{0.5}$ )  
 $F_{SE}$  Factor de corrección por las características superficiales, adimensional  
 $F_t$  Factor de corrección para la fracción volumétrica de líquido total, adimensional  
 $Fr$  Número de Froude, adimensional  
 $g$  Aceleración de la gravedad,  $9.81 m s^{-2}$   
 $H$  Altura del empaque estructurado, (cm)  
 $H'$  Altura del paralelogramo antes de la corrugación, (cm)  
 $h_L$  Fracción volumétrica del líquido ( $m^3 m^{-3}$ )  
 $K$  Constante de Henry, adimensional  
 $k$  Coeficiente individual de transferencia de masa, ( $m s^{-1}$ )  
 $L$  Carga de líquido, ( $m^3 m^{-2} h^{-1}$ )  
 $l_x$  Espesor de la lámina corrugada, (cm)  
 $m$  Razón entre la línea de equilibrio y de operación, adimensional  
 $N$  Número de unidades de transferencia de masa entre la zona dinámica y estancada, adimensional  
 $n_t$  Número de etapas teóricas  
 $P$  Presión, (Pa, mbar)  
 $Pe$  Número de Péclet, adimensional  
 $Q$  Flujo volumétrico, ( $m^3 s^{-1}$ )  
 $q$  Flux de calor, ( $J m^{-2} s^{-1}$ )  
 $Re$  Número de Reynolds, adimensional  
 $S$  Longitud de la corrugación de una lámina, (m)  
 $t$  Tiempo, (s)  
 $U_E$  Velocidad efectiva, ( $m s^{-1}$ )  
 $U_S$  Velocidad superficial, ( $m s^{-1}$ )  
 $We$  Número de Weber, adimensional  
 $x$  Fracción molar del líquido, ( $mol mol^{-1}$ )  
 $y$  Fracción molar del vapor, ( $mol mol^{-1}$ )  
 $Z$  Altura total del empaque, (m)  
 $z$  Altura del empaque,  $\gamma$  (m)

## Símbolos griegos

$\alpha$	Volatilidad relativa
$\beta_2$	Ángulo de corte, °
$\beta$	Ángulo de la horizontal al largo del empaque estructurado, °
$\gamma$	Ángulo de contacto entre el líquido y el sólido, °
$\Delta$	Diferencia
$\varepsilon$	Fracción de espacios vacíos, ( $\text{m}^3 \text{m}^{-3}$ )
$\Theta$	Tiempo adimensional
$\theta$	Ángulo de corrugación, °
$\theta_2$	Ángulo del doblado, °
$\kappa$	Conductividad eléctrica, ( $\mu\text{S cm}^{-1}$ )
$\lambda$	Longitud adimensional
$\mu$	Viscosidad dinámica, ( $\text{kg m}^{-1} \text{s}^{-1}$ )
$\rho$	Densidad, ( $\text{kg m}^{-3}$ )
$\sigma$	Tensión superficial, ( $\text{N m}^{-1}$ )
$\sigma^2$	Varianza, ( $\text{s}^2$ )
$\tau$	Tiempo de residencia, (s)
$\varphi$	Relación volumétrica entre la zona dinámica y el volumen total del reactor
$\phi$	Apertura del corrugado sobre la lámina, °
$\psi$	Concentración adimensional

## Subíndices

o	Inicial
B	Fondos
D	Destilado
d	Dinámico
e	Estático
g	Gas
i	Inundación
L	Líquido
m	Promedio
N	Número de lámina
n	Nuevo
s	Seco
T	Total
V	Vapor

## **Abreviaciones**

CDR (Columna de destilación reactiva)

CJF (Compensación de junta fría)

DC (Destilación catalítica)

DR (Destilación reactiva)

DTR (Distribución de tiempos de residencia)

FESC (Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán)

HETP (Altura equivalente al plato teórico)

LEM (Laboratorio Experimental Multidisciplinario)

NETS (Número de etapas teóricas de separación por metro empacado)

RTD (Detector de termómetro resistivo)

TAD (Tarjeta de adquisición de datos)

# **Capítulo 1**

## **Introducción**

## 1 Introducción

En la época contemporánea, la sociedad en su búsqueda de una mejor calidad de vida ha incrementado exponencialmente su consumo de energía en todo ámbito. Esto se ve reflejado en las estadísticas, las cuales nos dicen que la destilación es la operación unitaria que consume la mayor cantidad de energía dentro de las plantas químicas y petroquímicas, cerca de un 50% <sup>[1]</sup>. Esto implica que el consumo de energía de las columnas de destilación puede representar entre el 5 y el 20% de la energía producida en un país industrializado. Con el objetivo de revertir esta tendencia, se ha incursionado en el desarrollo de procesos híbridos (unidades que combinan dos operaciones en una sola) o en la integración de procesos (acoplamiento de varias operaciones unitarias) con el fin de desarrollar procesos más eficientes, económicos y amigables con el medio ambiente.

La destilación reactiva es un ejemplo de un proceso híbrido. En la misma unidad se realiza la reacción y simultáneamente se lleva a cabo la separación del producto y los reactivos sin reaccionar, convirtiéndose en una tecnología compacta. Se utiliza en aquellas reacciones en las que la conversión de productos de interés está limitada por el equilibrio químico <sup>[2]</sup>. La remoción selectiva de los productos es una manera de aumentar la eficiencia del proceso de acuerdo con el principio de Le Châtelier, el cual establece la dirección que seguirá un sistema en equilibrio cuando se cambian las condiciones de concentración, presión y temperatura. De esta forma, es posible conseguir conversiones mayores a las que se obtienen normalmente en una reacción limitada por el equilibrio químico. Esto puede lograrse gracias a la propiedad que poseen las sustancias para distribuirse de manera diferente en las fases líquido-vapor dentro de una operación de destilación.

Existe un gran interés industrial y académico en el desarrollo de esta tecnología. Es por eso que en el presente trabajo se pretende construir, instrumentar y operar una columna de destilación reactiva escala laboratorio en el Laboratorio Experimental Multidisciplinario (LEM) Nave 1000 de la carrera de Ingeniería Química en la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán (FESC), con el objetivo de implementar prácticas o manuales de laboratorio que permitan al estudiante de dicha carrera adquirir los conocimientos de esta tecnología y para su formación académica.

La estructura de la presente tesis es: En el capítulo 2 se presentan los antecedentes de la investigación, y se analiza el avance que se ha tenido en los años actuales sobre esta tecnología. En el capítulo 3 se da a conocer la justificación del presente trabajo. En el capítulo 4 se abordan los objetivos y cómo estos aportan al campo de los procesos de la Destilación Reactiva. En el capítulo 5 se describen las metodologías y las estrategias usadas para alcanzar los objetivos planteados anteriormente. En el capítulo 6 se reportan y discuten los resultados obtenidos en la investigación y construcción de la columna. Finalmente se presentan las conclusiones de la investigación realizada.

# **Capítulo 2**

## **Antecedentes**

## 2 Antecedentes

### 2.1 Destilación convencional

A menudo, la necesidad de un proceso de separación se traduce como la mayor parte de los costos de producción de un producto comercial. En general, se ha reportado que existe una relación aproximadamente inversa entre el precio de mercado de un producto (*commodity*) y la concentración en la que se encuentra en la naturaleza, o bien en los productos intermedios a su obtención. Esta relación refleja la necesidad de procesar una gran cantidad de materiales adicionales cuando la sustancia se encuentra en baja concentración.

Un número importante de las operaciones unitarias encontradas dentro de la ingeniería química, se centran en el problema de cambiar las composiciones de soluciones y mezclas mediante métodos que no necesitan el uso de reacciones químicas. Para las mezclas, dichos métodos pueden ser meramente mecánicos, como la filtración de sólidos suspendidos en un líquido. Por otro lado, si las operaciones involucran cambios en la composición de soluciones, se les conoce como operaciones de transferencia de masa.

La destilación es un método utilizado para separar los componentes de una solución, el cual depende de la distribución de las sustancias al equilibrio entre una fase líquida y una fase vapor, aplicado a casos en los cuales todos los componentes se encuentran presentes en ambas fases. En vez de introducir una nueva sustancia a la mezcla con el fin de formar la segunda fase, como es el caso de la absorción o desorción, la nueva fase es creada a partir de la solución original mediante vaporización o condensación <sup>[15]</sup>, <sup>[16]</sup>.

Por lo general, para poder separar los componentes de una solución de forma continua, se necesita de un equipo de contacto, tal como una columna de destilación de platos o empacada para tener contactos múltiples entre las fases vapor y líquida. Cada contacto consta del mezclado de ambas fases para el intercambio de las especies que contienen, seguido de una separación de las fases. Mientras que el vapor asciende a través del equipo, se enriquece con las especies más volátiles del sistema; por su parte, el líquido que desciende hacia el fondo de la columna recolecta las especies menos volátiles. La alimentación a una columna de destilación ingresa en un punto distinto al fondo o domo de la columna; la porción de la columna por encima de la alimentación es conocida como la sección de rectificación y la inferior se conoce como la sección de agotamiento. Se necesita de líquido para hacer contacto con el vapor arriba del punto de alimentación y se requiere de vapor para contactar al líquido debajo del mismo. Frecuentemente, el vapor que llega al punto más alto de la columna se condensa para proveer de líquido de contacto; a este líquido se le denomina reflujo. De forma similar, el líquido al fondo de la columna pasa a través del rehervidor para proporcionar vapor de contacto.

### 2.2 Torres empacadas

Las torres empacadas, son equipos utilizados para el contacto entre una fase líquida y una gaseosa o vapor, ya sea en contracorriente o en paralelo. Se trata de columnas verticales, las cuales han sido rellenas con un empaque o algún otro dispositivo con gran área superficial <sup>[3]</sup>. El líquido se distribuye sobre el empaque y escurre a través del lecho, lo que fomenta la transferencia de masa por una mayor área de contacto entre ambas fases.

El empaque de una columna, también llamado relleno, debe de cumplir una serie de características:

1.- Proveer una gran área interfaseal entre el líquido y el gas. La superficie del empaque por unidad de volumen,  $a_p$  debe de ser elevada, pero no en un sentido microscópico, ya que el líquido que escurre lo cubriría en su totalidad. De cualquier forma, el área específica del empaque es casi siempre mayor que el área interfaseal efectiva.

2.- Poseer características deseables con respecto al flujo y distribución de los fluidos. Esto suele significar que la fracción de espacios vacíos en el lecho empacado,  $\epsilon$ , debe de ser lo más grande posible. El empaque debe permitir el paso de un elevado volumen de fluido a través de secciones transversales pequeñas presentes en la columna, sin inducir la sobrecarga o inundación en la unidad, manteniendo una baja caída de presión. Además, la caída de presión del gas debe de ser principalmente debido al rozamiento, más que por el arrastre, ya que se obtiene una mayor transferencia de masa de esta forma.

3.- Ser inerte a los fluidos de proceso.

4.- Tener la integridad estructural que permita manipularlo e instalarlo de forma sencilla.

5.- Bajo costo.

Los empaques se suelen encontrar en dos presentaciones: Aleatorios y estructurados.

Los empaques aleatorios se suelen verter en la torre durante la instalación, permitiendo que caigan de forma azarosa. Anteriormente se utilizaban materiales fácilmente disponibles como la grava, piedras o pedazos de coque, sin embargo, aunque sean baratos, poseen una pequeña área superficial y presentan mala distribución del líquido. Actualmente la mayoría de los empaques aleatorios son manufacturados en una variedad de materiales y formas, buscando cumplir los puntos anteriormente mencionados. Pueden estar fabricados de porcelana, por ejemplo, los que permite su uso con la mayoría de los líquidos encontrados en la industria, exceptuando líquidos corrosivos como ácidos o bases; de carbón, el cual solo no es adecuado en atmósferas oxidantes; de metales; o de plásticos. Los plásticos deben de ser seleccionados con especial cuidado, dado que tienden a deteriorarse rápidamente con ciertos disolventes orgánicos y con gases que contienen oxígeno en condiciones moderadas. Los empaques de metales de pared delgada y de plástico ofrecen la ventaja de un bajo peso, pero al momento de la carga debe de anticiparse que la torre puede inundarse inesperadamente.

Generalmente, *los empaques aleatorios* ofrecen una mayor área superficial y caída de presión en los tamaños menores, pero el costo por unidad de volumen disminuye en los tamaños más grandes. Durante la instalación, los empaques son vertidos sin mayor cuidado, pero cuando se utilizan empaques cerámicos, se suele llenar de agua para evitar que se dañen.

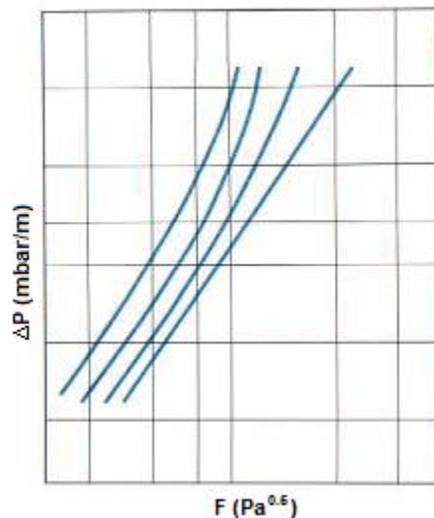
*Los empaques estructurados o regulares* se encuentran en una gran variedad. Los platos convencionales se consideran una variante de empaque regular. Los empaques regulares ofrecen la ventaja de una caída de presión baja para el gas y la posibilidad de mayores flujos de líquido, a un costo mayor que el empaque aleatorio. Se suelen encontrar estructuras de madera, las cuales son baratas y usadas cuando se requiere gran cantidad de espacio vacío. Las mallas metálicas tejidas roladas en cilindros u otros arreglos de mallas proveen una gran área superficial de contacto gas-líquido y una caída de presión

baja, lo que resulta especialmente útil para destilaciones al vacío. Los mezcladores estáticos fueron diseñados originalmente como mezcladores de línea, para mezclar dos fluidos en paralelo. Existen diferentes diseños, pero en general consisten en un dispositivo hecho de una lámina de metal en forma de cartón de huevo instalado en una tubería con el propósito de provocar una serie de divisiones en el flujo de los fluidos que corren en paralelos, dividiendo los fluidos en corrientes cada vez más pequeñas. Se ha demostrado que estos dispositivos son útiles para el contacto gas-líquido, con buenas características de transferencia de masa y baja caída de presión.

### 2.2.1 Caída de presión en una columna de destilación con empaque estructurado

Como se ha establecido con anterioridad, la caída de presión es un parámetro muy importante en el diseño y operación de una columna de destilación. Condicionando el diámetro y la capacidad, respectivamente. Sirve, además, como un indicador de las condiciones dinámicas como son la inundación y los regímenes de flujo presentes.

Un ejemplo de una curva común de caída de presión para un empaque estructurado se puede observar en la Figura 1.



**Figura 1** Curva de caída de presión contra factor-F

En la literatura se pueden encontrar gran cantidad de correlaciones para el cálculo de las caídas de presión en empaques estructurados, teniendo distinta relevancia dependiendo de las condiciones de operación y de las características del empaque. Dentro de las más populares se encuentran los artículos históricos de Rocha, Bravo y Fair (1993) <sup>[29]</sup>, entre otros. Sin embargo, en el presente trabajo se hizo uso de las correlaciones reportadas por Gualito et. al., (1997), las cuales son una continuación de los trabajos anteriormente mencionados. Si bien el procedimiento es iterativo, su cálculo es sencillo. Cabe recalcar su intervalo de aplicación limitado al punto de inundación, el cual se debe de estimar independientemente. Investigaciones más recientes facilitan el cálculo del punto de inundación, sin embargo, su intervalo de aplicación es limitado a ciertos tipos de empaque.

## 2.2.2 Fracción del volumen de retención de líquido

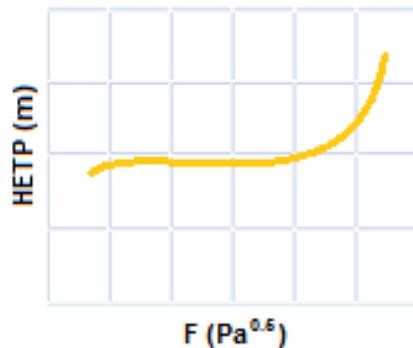
Uno de los factores más importantes en el cálculo de la caída de presión es la fracción volumétrica que ocupa el líquido dentro de la columna. Esta se divide en dos componentes, una fracción dinámica, que es consecuencia del flujo del líquido y una estática, la cual corresponde al líquido retenido en el empaque por efectos de tensión superficial. Su suma corresponde a la fracción del volumen de retención de líquido total.

A mayor fracción de líquido, el vapor tendrá menor espacio para fluir, lo que aumentará las caídas de presión. Por otro lado, habrá mayor área interfasial disponible para la transferencia de masa, por lo que se intuye la necesidad de incluirla en los cálculos de la HETP. Sin embargo, habrá un momento en el cual esta fracción aumenta repentinamente, haciendo inestable la operación de la columna y reduciendo su eficiencia, esta condición de operación de la columna se le denomina "punto de inundación".

Existen diferentes formas de encontrar este parámetro, como la gravimetría o mediante la DTR. Ambos casos se exploran en este trabajo. Existe además la posibilidad de utilizar técnicas de rayos gamma para encontrar directamente el líquido retenido total, sin embargo, su aplicación es más especializada a la detección de problemas de distribución, además de necesitar una inversión capital considerable, por lo que no se contempló en este trabajo.

## 2.2.3 Altura equivalente al plato teórico (HETP)

Otro parámetro importante en el diseño y operación de una columna de destilación es la HETP, la cual es una medida de la eficiencia de separación que se lleva a cabo en la columna. Una curva común para la HETP se puede ver en la figura 2.



**Figura 2** Curva de eficiencia de separación contra factor F

Como en el caso de la caída de presión, la HETP se calculó utilizando el modelo de Gualito, lo que ofrece una ventaja al usar la fracción de líquido retenido como un parámetro que acopla ambos cálculos.

De forma general, se encuentra que la eficiencia de separación se ve influida por las especies en cuestión, reflejándose en los coeficientes de transferencia de masa y en el área superficial efectiva <sup>[9]</sup>. El otro factor determinante es la cantidad de flujo de cada fase. Cuando se tiene un flujo pequeño de líquido, el área disponible en la columna no se aprovecha en su totalidad, mientras que, a flujos muy altos, la película de líquido que

escurre sobre el empaque se ensancha, por lo que la transferencia de masa se ve alterada. Así mismo, conforme incrementa el flujo de vapor, se irán incrementando las fuerzas de arrastre hasta llegar al punto de inundación, lo que afecta marcadamente la eficiencia de la separación.

### 2.3 Destilación reactiva (DR)

Hoy en día, la industria química se está renovando constantemente en busca de que las plantas sean más compactas, ahorren energía, que los procesos se realicen en menor tiempo y que se utilicen tecnologías amigables con el medio ambiente. Para alcanzar estos objetivos, los ingenieros químicos han desarrollado equipos híbridos (separación-reacción), los cuales en algunos casos corresponden simplemente al acoplamiento de equipos periféricos a una unidad central y otras veces consisten en adicionar diferentes potenciales para acelerar los procesos, tales como: potenciales químicos, electroquímicos, gravitacionales, magnéticos, etcétera. A esta nueva visión se le conoce como "*intensificación de procesos*" [10].

Un claro ejemplo de la filosofía de esta rama es la destilación reactiva. Este proceso permite llevar a cabo las operaciones de reacción química y separación en un solo equipo para aumentar la eficiencia y disminuir el tiempo del proceso. Se pueden adicionar en las periferias decantadores tipo líquido-líquido, membranas inorgánicas para separar los azeótropos orgánico-acuoso, etcétera. Esto implica una reducción en los costos de equipo. Por otra parte, por medio de destilación reactiva es posible superar las limitaciones impuestas por el equilibrio químico y mejorar la selectividad, en el caso de reacciones múltiples. Asimismo, este proceso presenta capacidad de evitar algunas rutas de separación complicadas, principalmente las originadas por la presencia de azeótropos. En el caso de las reacciones exotérmicas, el calor de reacción se aprovecha para el proceso de vaporización, reduciendo así el consumo de energía. Existen diversas reacciones para las que se ha utilizado destilación reactiva con resultados prometedores, entre estas se encuentra la reacción de producción de acetato de metilo [8], la obtención de metil terbutil éter, la producción de mono-etilenglicol, la obtención de óxido de propileno, entre otras [2].

En la mayoría de las aplicaciones industriales, la destilación reactiva es utilizada como una forma de mejorar el rendimiento y/o selectividad del producto deseado. Dentro de los procesos implementados actualmente de forma industrial, se encuentran la síntesis de metil terbutil éter, isopropilbenceno y etilenglicol. En conjunto, la reacción y la destilación desplazan el equilibrio de la reacción  $A + B \leftrightarrow C + D$  hacia la dirección deseada.

Las principales aplicaciones industriales de la DR son la esterificación, la eterificación y la alquilación. Algunas hidrogenaciones e hidrodeshidrosulfuraciones son hechas con este método. La DR es usada más popularmente en esterificaciones, siendo la más reconocida el proceso Eastman para la síntesis del acetato de metilo, siendo implementada en 1980.

La destilación reactiva se puede usar como una herramienta de gran utilidad cuando se desean separar mezclas que contengan componentes reactivos e inertes que tengan puntos cercanos de ebullición. En este caso, se introduce un acarreador reactivo en la primera CDR, con el fin de formar un producto intermediario con un punto de ebullición más alejado de los componentes inertes. De esta forma, es posible separar a los componentes inertes, mientras que el producto intermedio se alimenta a un segundo paso de DR, donde

se efectúa la reacción inversa y se recupera así el reactivo original y se le separa del acarreador [4], [5], [6].

Otro prospecto para la aplicación de la DR incluye hidrólisis líquido-líquido, saponificación, nitración, oxidación, fermentación, hidrólisis de formato de metilo acuoso y deshidrogenación del ciclohexano para producir benceno [7].

Resulta evidente que la DR es capaz de permitir ahorros significativos de energía. Un ejemplo de esto es el caso de la hidrólisis del acetato de metilo. Los requisitos energéticos de los procesos basados en tecnología de DR suelen ser 50% menores a aquellos que utilizan tecnología convencional.

Existen, sin embargo, un número considerable de restricciones a esta técnica. La reacción debe adecuarse a la misma, teniendo al menos un producto o reactivo volátil, además de ser catalíticamente activa a las temperaturas de la destilación. Un problema adicional de estos sistemas es su modelado, debido a la gran cantidad de fenómenos físicos y químicos que interaccionan entre sí. El modelado es necesario debido a que las pruebas de planta piloto son muy costosas.

El escalamiento es un problema para la DR asociado con la separación de funciones, ya que de momento no hay técnicas para escalar de la unidad combinada de reacción y destilación [12], [13].

## **2.4 Instrumentación en una CDR**

De forma general, la instrumentación de una CDR es prácticamente idéntica a la de una columna de destilación convencional; resulta lógico al considerar que la operación y control de ambas unidades es esencialmente la misma.

La diferencia más significativa es la necesidad de monitorear el avance de la reacción, por lo que se suelen incluir controles analíticos. Con esto, nos referimos a la inclusión de instrumentos de análisis como cromatógrafos de gases, espectrofotómetros, espectrómetros de masas, refractómetros, entre otros. La ventaja de estos sistemas es la capacidad de un seguimiento más refinado de las propiedades deseadas. Sin embargo, debido al acarreamiento de la muestra, el tiempo de análisis y el envío de señales, se tiene un control con un tiempo de retardo, lo que puede vulnerar el sistema a perturbaciones. Además, el costo capital, de mantenimiento y operación suele ser elevado. Debido a esto, el control analítico debe implementarse con cuidado.

Un punto a considerar, es la sensibilidad del catalizador. De usarse un catalizador heterogéneo, como en esta unidad, la temperatura impera: Si se excede cierta temperatura, se corre el riesgo de dañar al catalizador, lo que implica la necesidad de detener el funcionamiento de la torre, su desarmado y el reemplazo del catalizador. Evidentemente esto resulta inaceptable tanto en tiempo perdido, como en bienes desperdiciados y mano de obra innecesaria. Además, la reacción suele tener una temperatura óptima para un catalizador dado. Debido a esto, las operaciones de DR necesitan un fino control de temperatura, lo que se suele traducir a un control de la presión interna de la torre. Afortunadamente, el sistema que se analiza en este trabajo opera adecuadamente a presión atmosférica.

## 2.5 Esquema de Control de una CDR.

El primer paso para definir la instrumentación necesaria para una columna de destilación, es definir el esquema de control de la columna <sup>[14]</sup>. Es necesario definir el control de presión y de nivel, para después definir cómo cerrar los lazos de control de los otros dos grados de libertad. Existen gran variedad de configuraciones factibles, sin embargo, es necesario evaluar la óptima (en muchos casos la más viable o sencilla de implementar) para el caso específico, que va a depender de cuál de las variables es más sensible y de cuáles son las perturbaciones que se encontrarán de forma más cotidiana. No solo se debe de considerar un análisis de estado estacionario, sino uno dinámico y de controlabilidad.

Dada la competitividad del sector químico, es de suma importancia mantener en mente la economía de la operación, así, es obligatorio considerar el esquema que permita mantener un producto final o intermediario dentro de las especificaciones requeridas, utilizando la menor cantidad de recursos posibles.

Una vez definido el control de la presión y de las composiciones, se pasa a ver las configuraciones de control de nivel o balance de materia. Estos tienen una gran variedad de posibilidades, como son el llamado esquema LV (siendo este el más común), el cual utiliza el flujo del destilado, D y del producto de fondos, B, para controlar el nivel del tanque de condensados y del rehervidor, respectivamente. Esto deja al reflujo, L, y a la tasa de vapor, V, como los grados de libertad que el operador modifica para obtener una separación deseada <sup>[14]</sup>.

Si bien el esquema base de control suele únicamente contemplar el uso del control de nivel, este tipo de control es por lo general inestable, teniendo variaciones en los perfiles de composición a través del tiempo. Debido a esto, se suele incluir al menos un control de temperatura en la columna, lo que rectifica su estabilidad. Aun así, es importante que el operador prevenga desviaciones de la especificación del producto.

## 2.6 Instrumentación de una CDR.

Dicho en forma figurativa, los instrumentos son los ojos del operador, por lo que elegirlos de forma adecuada resulta esencial para el correcto funcionamiento de la columna. Para empezar, se requiere una forma de verificar la calidad del producto. En una destilación binaria, esto suele satisfacerse con conocer la presión del sistema y la temperatura de los productos, ya que por la regla de las fases solo se necesitan conocer dos variables independientes para caracterizar correctamente al sistema. Para sistemas más complejos, es aconsejable utilizar instrumentos analíticos, como se mencionó anteriormente.

La implementación de sistemas de medición de temperatura es relativamente sencillo, pudiéndose utilizar termopares o RTDs, los cuales se clasifican como instrumentos de contacto, debido a que deben de tocar el medio que miden. La elección entre cada elemento depende de las necesidades del proceso. Así, mientras que un termopar permite un excelente intervalo de temperaturas, buen tiempo de respuesta y mayor flexibilidad en su tamaño, un termómetro resistivo posee mayor estabilidad, repetitividad y precisión. Ambos instrumentos generan señales de voltaje, pero mientras un termopar no necesita una fuente de excitación y proporciona señales en el orden de los mV, el RTD requiere de dicha fuente y suele tener señales en Volts.

Para la medición de nivel existen diversas técnicas que se pueden clasificar como de contacto, no-contacto, continuas o por puntos. Su aplicación dependerá de las condiciones del proceso: si se tiene un sistema benigno o agresivo, si se requiere conocer cuando se excede algún límite o si se necesita mantener un valor determinado. En las columnas de destilación, comúnmente se requiere un control continuo del nivel para asegurar una operación estable. Algunos ejemplos de estos instrumentos son los medidores ultrasónicos, de capacitancia, resistencia eléctrica, presión diferencial o por rayos gamma <sup>[17]</sup>.

La medición de presión se utiliza una diversa gama de manómetros, transmisores o transductores que dependen de las condiciones de operación. Más importante aún es la presión diferencial en la columna, ya que da datos importantes acerca de las características hidráulicas de la columna, como es el punto de carga, el volumen de retención del líquido y la inundación de la misma. Dadas las condiciones de temperatura y humedad, características de una destilación, es necesario implementar medidas de compensación que consideren los límites de los instrumentos, la posibilidad de condensación del medio o la evaporación del fluido de transmisión. Otra alternativa es utilizar instrumentos especializados que hagan innecesarias estas medidas.

Dentro de la regulación de las variables manipuladas, se deben de incluir formas de regular de forma precisa el gasto del reflujo y la tasa de evaporación, (si se usa el esquema LV, por ejemplo) con el fin de asegurar una operación adecuada. Para esto, se suelen implementar medidores de flujo másico, como pueden ser los de capacidad calorífica o bien los coriolis.

En resumen, la instrumentación de una CDR debe de implementarse utilizando modelos teóricos y consideraciones prácticas, buscando un balance entre estabilidad, precisión y operatividad.

# **Capítulo 3**

## **Justificación y**

### **Objetivos**

### **3 Justificación y objetivos**

#### **3.1 Justificación**

En la actualidad la economía en los procesos juega un rol muy importante, lo que ha llevado a la optimización de recursos, por lo que la aplicación de una CDR ofrece ventajas potenciales sobre la reducción del costo de inversión, debido a que dos unidades de proceso se realizan simultáneamente en una sola. Este proceso híbrido conduce a menores costos en equipos, tuberías e instrumentación.

Además, al desarrollar una CDR en la FES-C permitirá a los alumnos integrar los conocimientos adquiridos en las asignaturas, tales como: Transferencia de Masa I, Transferencia de Masa II, Reactores Químicos Homogéneos y Heterogéneos, Simulación de Procesos e Ingeniería de Procesos. Si bien es cierto que existen equipos que permiten aplicar dichos conocimientos, esto se hace de forma separada y no se integran el conocimiento como se pretende exponer e implementar en este trabajo de tesis. A sí mismo, se elaborará un manual de prácticas en un futuro para que los alumnos puedan manipular la columna en cuestión, y refuercen sus conocimientos teóricos obtenidos en clase a través de datos experimentales.

#### **3.2 Objetivos**

##### **3.2.1 Objetivo General**

Los estudios presentados en este trabajo tienen como finalidad la construcción, instrumentación y operación de una columna de destilación reactiva escala laboratorio para un futuro proceso de esterificación. La columna se instalará en el Laboratorio Experimental Multidisciplinario (LEM), de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán (FESC).

Para alcanzar el objetivo general de la presente investigación se plantean los siguientes objetivos particulares.

##### **3.2.2 Objetivos Particulares**

- Construir empaques corrugados para la sección no-reactiva de la CDR (despojo y enriquecimiento).
- Instalar e instrumentar la CDR, la cual contará con adquisidor de datos y un sistema de control; calibración e implementación de los sistemas de medición y control.
- Realizar estudios de hidráulica y transferencia de masa para caracterizar la eficiencia de separación de los empaques previamente elaborados.

# **Capítulo 4**

# **Metodología**

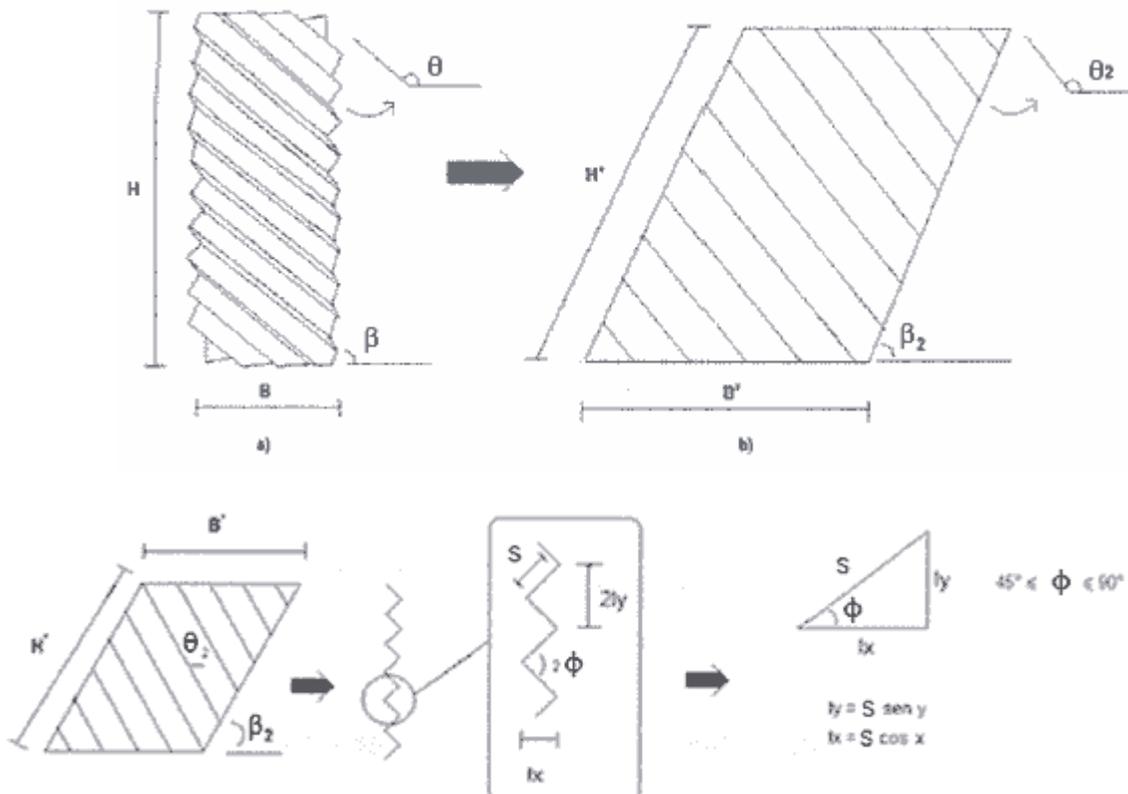
## 4. Metodología

### 4.1 Construcción de empaque estructurado.

El relleno de la columna consistió en empaque estructurado tipo Mellapak 500Y, el cual fue fabricado en la facultad utilizando herramientas manuales. Primero se cortaron diez paralelogramos (dos de cada tipo) de lana de acero especial 302 con espesor de 5 milésimas de pulgada. El tamaño y los ángulos internos de dichos paralelogramos se calcularon de acuerdo a la metodología propuesta por Pérez Rivera O <sup>[19]</sup> (ver Tabla 1)  $\beta$

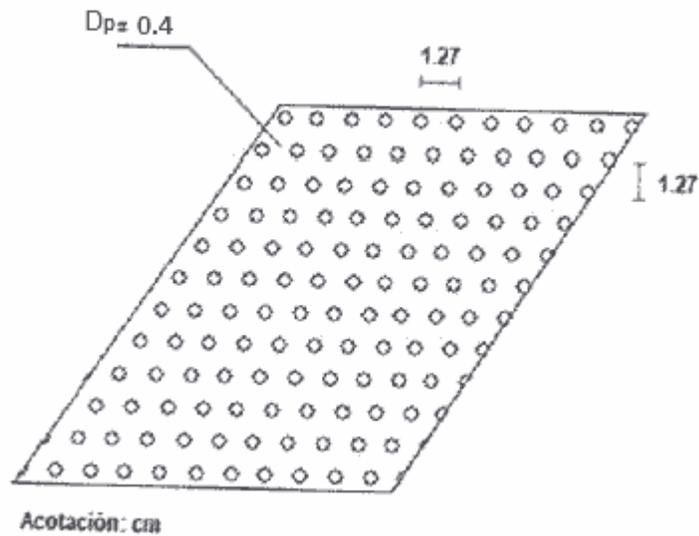
**Tabla 1.** Dimensiones calculadas para las láminas del empaque estructurado

N	$B_N'$ (cm)	$B_N$ (cm)	$\theta$	$e_m$ (cm)	$l_x$ (cm)	$H'$ (cm)
1	5.63	4.60	135	0.301	0.43	13.47
2	5.33	4.35	$\phi$	$D_e$ (cm)	$\beta_2$	$H$ (cm)
3	4.78	3.90	45	4.678	70.53	11
4	3.88	3.17	$D$ (cm)	$e_L$ (cm)	$\theta_2$	
5	2.26	1.84	5.28	0.0127	125.26	



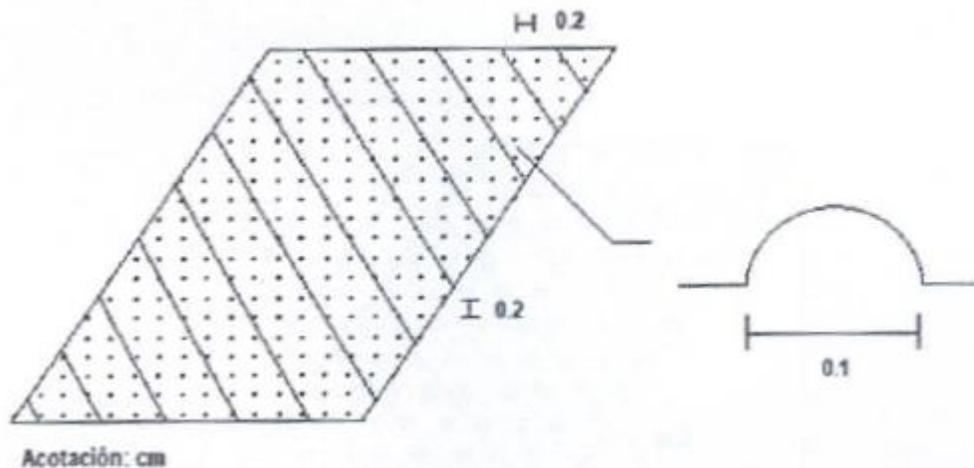
**Figura 3.** Dimensiones y ángulos de las láminas

Una vez cortados, se procedió a hacer perforaciones de 0.4cm de diámetro con el siguiente patrón:



**Figura 4.** Dimensión y arreglo de las perforaciones

En seguida se texturizó la lámina con un punzón de 1mm de diámetro siguiendo el diseño presentado en la figura 5:



**Figura 5** Dimensión y arreglo del texturizado

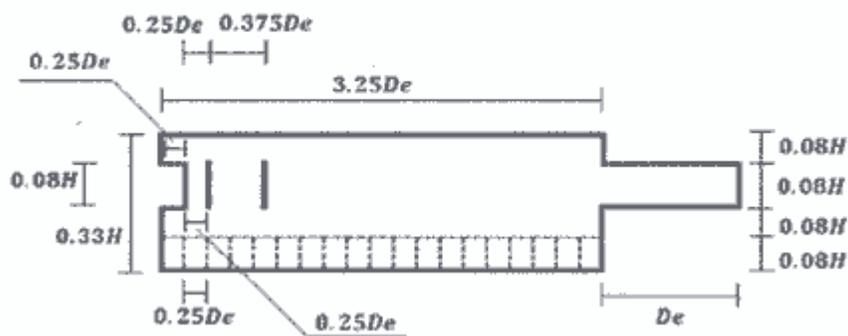
Finalmente se corrugó la lana utilizando pinzas de punta, logrando las dimensiones especificadas anteriormente.

La forma original de las piezas se justifica debido a que al momento de realizar el corrugado, la lana se deforma hasta terminar con una forma rectangular. El corrugado se realiza para obtener la fracción de espacios vacíos deseada. La longitud del corrugado, así como el ángulo del mismo es una función tanto de la capacidad del empaque, como de la caída de presión que se espera. Por lo general, para un empaque estructurado hay un

sacrificio entre la caída de presión y su susceptibilidad a ser incrustado por medios corrosivos.

Las perforaciones se realizan para mejorar la distribución de las fases a través del empaque al permitir que el líquido descendente moje ambas caras del empaque, además de disminuir las caídas de presión. Finalmente, el texturizado incrementa ligeramente el área disponible, además de promover que el líquido irrigue mayor cantidad del empaque, pues al ser liso suele tener canalizaciones de líquido.

Como último paso, se juntaron las láminas y se amarraron con un cinturón de malla de acero inoxidable con dimensiones mostradas a continuación:



**Figura 6.** Cinturón utilizado para sujetar el empaque estructurado

Lo que se traduce en las siguientes longitudes (ver Tabla 2):

**Tabla 2.** Dimensiones del cinturón para el empaque estructurado

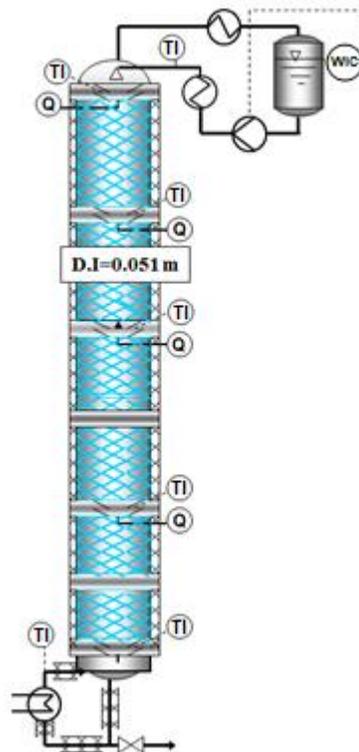
Dimensión	Longitud (cm)
<b>0.08H</b>	0.88
<b>3.25De</b>	15.2035
<b>0.25De</b>	1.1695
<b>0.375De</b>	1.75425
<b>0.33H</b>	3.63
<b>De</b>	4.678

#### 4.2 Montaje, Instrumentación y Control de la Columna de Destilación Reactiva (CDR)

La columna escala laboratorio está construida en dos módulos de acero inoxidable de 50 cm (1 metro de altura efectiva de sección empacada), los cuales tienen un diámetro interno de 5.28cm. La CDR cuenta con puertos de muestreo, sistema de bombeo de alimentación, instrumentos de presión y temperatura, un mecanismo para recolectar el volumen de retención de líquido y accesorios para determinar las curvas de Distribución de Tiempos de Residencia (DTR). Cuenta, además, con un rehervidor de re-circulación natural

tipo termosifón, un condensador de vidrio, y finalmente cuatro recipientes verticales de 1L para recibir los efluentes de la columna con ayuda de un sistema de bombeo.

Se montó la columna en su estructura respectiva y se fijaron los módulos con bridas de acero inoxidable. Posteriormente, se realizaron las conexiones con *tubing* de acero inoxidable y cinta teflón entre las bombas y los recipientes colectores de efluentes, condensadores y rehervidores. En la Figura 7 se puede observar un diagrama de la CDR, en configuración modo intermitente a reflujo total, en ella se indican los puertos de toma de muestra (Q), los termopares (TI) y la báscula (WIC) para el control de reflujo.



**Figura 7.** Diagrama de la CDR instalada

En cuanto a la instrumentación, uno de los objetivos principales del proyecto de la CDR fue implementar un sistema de adquisición de datos en línea y control de variables de operación que permitiera su funcionamiento automatizado. Esto consistió en un sistema de recolección de datos, así como salidas analógicas para actuar los controladores.

El primer implemento fue una "Tarjeta de Adquisición de Datos (TAD)" de National Instruments modelo NI-USB 3414, la cual cuenta con 64 entradas analógicas, 4 salidas analógicas y 64 entradas/salidas digitales. La tarjeta se vinculó a un ordenador mediante el uso del programa LabView 2015 versión académica.

Los instrumentos de medición más utilizados fueron termopares tipos K. De estos, se implementaron 6 en distintas posiciones de la columna: uno en la línea de vapor entrante, un segundo en el rehervidor, cuatro a las alturas de 0m, 0.45m, 0.9m del lecho empacado

y finalmente un sexto en el condensador. Estos se conectan directamente a la tarjeta de adquisición, a sus entradas analógicas.

Para el control de nivel, se instalaron cuatro básculas de la marca Radwag: 3 de capacidad de 60kg y resolución de 1g y una de capacidad de 2kg y resolución de 0.1g. Estas se conectaron al ordenador mediante un concentrador de puertos seriales RS-232 DE9 a USB y al igual que con los termopares, se registraron los datos con LabView, utilizando un *instrumento virtual* (programa de LabView) proporcionado por los fabricantes de las básculas.

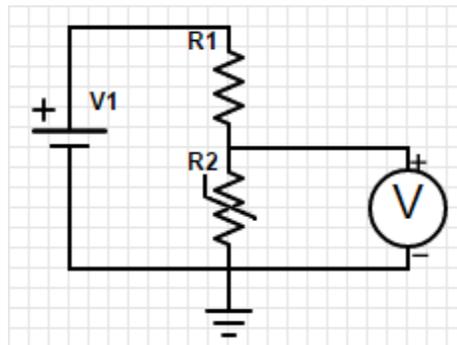
Para la medición correcta de la temperatura con los termopares, se necesita implementar un artificio conocido como "Compensación de Junta Fría (CJF)". En éste, se trata de corregir la temperatura medida por el termopar, ya que de no hacerse se tiene un desfase con la temperatura real por dos razones principales:

1.- Cada conexión metal-metal es capaz de generar un termopar, por lo tanto, al conectar el termopar con el sistema de medición, se pueden generar voltajes parásitos que causan error. Al implementar la CJF, como presenta los mismos voltajes parásitos, estos se compensan, mejorando la respuesta del termopar.

2.- El termopar solo mide la diferencia de temperaturas entre la junta caliente, o de trabajo y la junta fría o de medición, la cual se conecta al instrumento. Por lo tanto, es necesario implementar una temperatura de referencia en la junta fría, para compensar esta diferencia.

Históricamente, la forma más común de realizar la CJF era sumergir la punta fría en un baño de hielo a 0°C. De esta forma se tiene una temperatura de referencia conveniente y se puede asegurar estabilidad térmica. Sin embargo, no siempre resulta práctica su implementación y existen alternativas más convenientes. Una de estas alternativas es una CJF con *hardware*, como instalar un circuito integrado diseñado para este fin. Un ejemplo es el ADS1118 de Texas Instruments. Por su parte, nosotros optamos por una compensación mixta, utilizando hardware y software.

Primero, se hizo un circuito para medir la temperatura en la junta fría. Para ello, se utilizó un termistor dentro de un divisor de voltaje. De esta forma, es posible medir la temperatura observando la caída de voltaje que ocurre a través del elemento. En la Figura 8 se muestra el circuito implementado.



**Figura 8.** Divisor de voltaje

Ya medido el voltaje a la salida del circuito, utilizando la ecuación del divisor de voltaje, se puede encontrar la resistencia del termistor, conociendo el voltaje de entrada y el valor de la otra resistencia. El fabricante del termistor, provee datos de resistencia en función de temperatura y utilizando la ecuación de Steinhart-Hart

$$\frac{1}{T} = A + B \cdot \ln(R) + C(\ln(R))^3 \quad (1)$$

Se puede correlacionar el comportamiento del termistor y así obtener la temperatura, conociendo el valor del termistor.

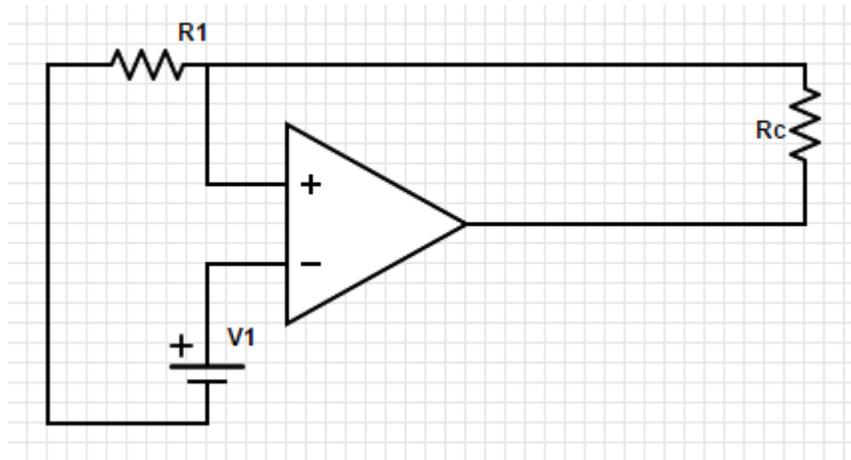
Para cada tipo de termopar, se tienen polinomios que correlacionan tanto el voltaje que produce y la temperatura que se tiene en la punta caliente, como el inverso de este. Entonces, se buscan los coeficientes para el tipo de termopar dado (K) y se pasa la temperatura del termistor, a un voltaje equivalente. Este voltaje equivalente se suma al voltaje del termistor, realizando así la CJF. Ya con este voltaje total, se calcula la temperatura compensada del termistor.

De esta forma, se asegura que el bloque donde están conectados los termopares es aproximadamente isotérmico, se puede hacer la CJF de todos utilizando un solo circuito.

Las básculas instaladas cumplen dos funciones: Monitorear los flujos máscicos de alimentación y salidas de la columna y, ayudar al control de nivel de los tanques de amortiguamiento del producto de fondo y de destilado.

El monitoreo del flujo es relativamente sencillo: Se mide la masa en los contenedores correspondientes en ciertos intervalos de tiempo y se diferencia numéricamente con respecto al tiempo para obtener el flujo máscico. Para el control del nivel, se implementó un controlador PID en el programa de LabView, el cual toma la masa en los tanques de amortiguamiento (variable de proceso) y manda una señal de control a bombas de desplazamiento positivo de tipo solenoide (elemento de control), manteniendo así la masa fija en el tanque (variable controlada).

La señal de control se obtiene de las salidas analógicas de la TAD. Si bien la señal obtenida va de 0 a 10V y teniendo una resistencia equivalente de aproximadamente 120Ω, la TAD no puede entregar más de 9mA, mientras que la bomba utiliza una señal de 4-20mA. Debido a esto, se implementó un circuito de apoyo para la señal de control, de tal manera que la TAD no sea la fuente de la corriente. Para ello, se utilizó un circuito convertidor de señales de voltaje a corriente. Con este fin, se implementó un amplificador operacional y un transistor para cada bomba, los cuales toman la señal de control de la computadora y sacan una señal de corriente correspondiente. Se presenta el diagrama del circuito en la Figura 9.



**Figura 9.** Diagrama del convertidor de voltaje a corriente

Para el caso de la caracterización de parámetros hidráulicos y de transferencia de masa se realizaron los siguientes experimentos.

### **4.3 Caracterización de parámetros hidráulicos y de transferencia de masa**

Para la correcta implementación de la columna, es necesario determinar diversos parámetros que permitan encontrar los puntos de operación, la optimización de recursos, así como la predicción de la eficiencia de separación y de la conversión que será posible una vez puesta en operación.

#### **4.3.1 Caída de Presión**

En este apartado se realizaron tres tipos de experimentos de la caída de presión: a) empaque seco, b) caída de presión a empaque pre-mojado y c) caída de presión a empaque irrigado, para determinar la caída de presión se utilizó un manómetro diferencial tipo U de vidrio relleno con agua. Para la determinación de la caída de presión a empaque seco se utilizó únicamente flujo de gas y se registraron las lecturas del domo y del fondo de la columna, la diferencia entre estas dos lecturas es la caída de presión. En cuanto a la caída de presión a empaque pre-mojado, primero se irriga el lecho solo con un flujo de líquido lo suficientemente alto para asegurar un mojado completo del empaque, posteriormente se suspende el flujo de líquido y enseguida se introduce el flujo de gas; la caída de presión se determina como se describió anteriormente. Finalmente, la caída de presión a empaque irrigado se determina con flujo de ambas fases, para ello se introduce gas por el fondo y líquido por el domo, la caída de presión se determina de la manera ya descrita <sup>[25]</sup>.

Otra forma de realizar estas medidas es operando directamente la torre como una unidad de destilación, para posteriormente medir la presión del vapor dentro de la unidad antes y después del lecho empacado.

#### **4.3.2 Regímenes de flujo**

Los regímenes de flujo característicos de los empaques estructurados catalíticos son tres: debajo del punto de carga, el punto de carga y arriba del punto de carga. Los regímenes de flujo se determinan con los datos de caída de presión a empaque irrigado por

medio de una gráfica de caída de presión contra flujo de gas (factor de carga-F) a diferentes flujos de líquido.

#### 4.3.3 Volumen de retención de líquido

Para caracterizar los volúmenes de retención de líquido se requieren de tres tipos de volumen: a) volumen de retención de líquido estático, b) volumen de retención de líquido dinámico, c) volumen de retención de líquido total. Para determinar el volumen de retención de líquido dinámico, se utilizará la técnica de drenado. Para determinar el volumen de retención de líquido total se requiere evaluar el tiempo de residencia, el cual se determina por la técnica de distribución de tiempos de residencia (DTR); por último, el volumen de retención de líquido estático es la diferencia entre el total y el dinámico. Adicionalmente se corrobora el volumen estático mediante pesadas diferenciales.

#### 4.3.4 Características de mezclado de las fases fluidas

Para determinar las características de mezclado en la fase líquida se utilizará la técnica de estímulo-respuesta, utilizando la inyección de un pulso de trazador, en este caso cloruro de potasio (KCl). La técnica consiste en inyectar un pulso de trazador en la corriente de entrada del líquido, inmediatamente después se toman mediciones de conductividad utilizando un conductímetro y una celda de flujo que permita tomar muestras continuas, hasta que la señal desaparezca, las medidas de conductividad se transforman en unidades de concentración de KCl a través de una curva de calibración, la curva obtenida se conoce como Distribución de Tiempos de residencia (DTR).

#### 4.3.5 Determinación de la altura equivalente de plato teórico (HETP)

Cuando se trata de una columna de destilación rellena con empaque estructurado o al azar, no se tienen unidades discretas (etapas de platos) donde ocurre la transferencia de masa; en lugar de ello la separación se lleva a cabo de forma continua dentro del empaque. Por este motivo, se utiliza una forma alternativa de encontrar la altura necesaria del empaque.

Con este fin, se pensó en la altura equivalente de plato teórico, HETP (por sus siglas en inglés). Este concepto sirve para encontrar el número de etapas de separación que es posible obtener por cada unidad de longitud de empaque.

Existen diversos métodos teóricos para calcular la HETP y después encontrar la altura necesaria de empaque para llevar a cabo la separación. Sin embargo, ese no es el fin de este trabajo, sino evaluar el desempeño del empaque fabricado en las instalaciones del LEM de Ingeniería Química de la FES-C, UNAM, a través de datos experimentales de destilación de una mezcla binaria (P. ej. etanol-agua) a reflujo total y posteriormente calcular el número de etapas teóricas utilizando la ecuación de Fenske (Hoffmann, Noeres & Górák, 2004) [11], [30]

$$n_t = \frac{1}{\ln a} \ln \left( \frac{x_{1,D} 1-x_{1,B}}{x_{1,B} 1-x_{1,D}} \right) \quad (2)$$

Posteriormente se determina número de etapas teóricas de separación por metro empacado (NETS).

$$NTSM = \frac{n_t}{Z} \quad (3)$$

De manera que la altura equivalente por plato teórico experimental (HETP, por sus siglas en inglés), se obtiene a partir del inverso de NTSM.

$$HETP_{exp} = \frac{1}{NTSM} \quad (4)$$

# **Capítulo 5**

## **Análisis de resultados**

## 5. Análisis de resultados

### 5.1 Construcción del empaque estructurado

En la Figura 10 se encuentra una imagen del empaque estructurado utilizado en las pruebas. Si bien el empaque fue diseñado para una altura de 11cm, se obtuvo experimentalmente una altura promedio de 11.2cm. Esta pequeña diferencia pudiera deberse a que el proceso de manufactura no es completamente preciso, sobre todo el corrugado, factor principal en el formado de cada lámina.



**Figura 10.** Empaques estructurados construidos

Se obtuvo un área superficial geométrica calculada en  $493\text{m}^2/\text{m}^3$ , cercana a la esperada de  $500\text{m}^2/\text{m}^3$  del empaque comercial. Esta área se calculó considerando el área de las láminas sin corrugar, restando el área de las perforaciones y añadiendo el área del texturizado, que se puede comprobar es el doble de la misma área sin corrugar.

La fracción de espacios vacíos obtenida fue de 0.96, mientras que la del equivalente comercial se reporta en 0.92. La diferencia se puede atribuir a la utilización de lana de acero en vez de lámina, lo que aumenta el volumen disponible para los fluidos.

Las pruebas que se presentan a continuación sirvieron para profundizar la comparación de los empaques comerciales con los fabricados en la Facultad.

### 5.2 Montaje e Instrumentación de la Columna de Destilación Reactiva (CDR)

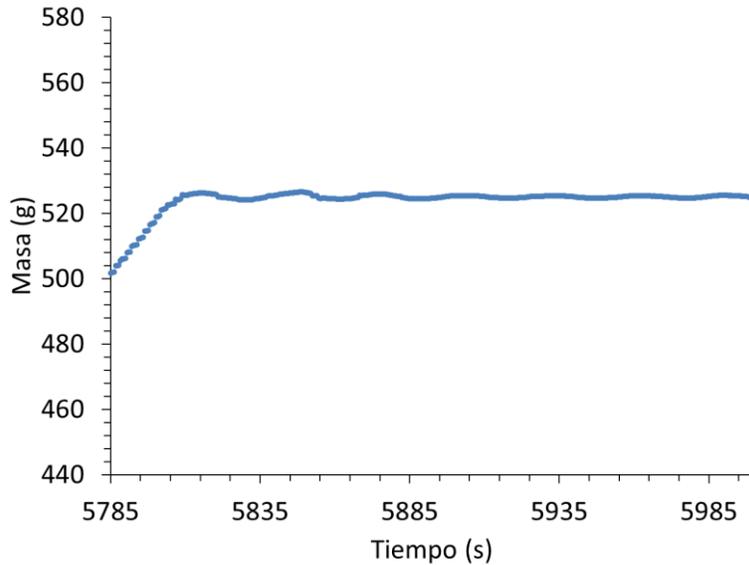
Se presenta una imagen de la columna como se utilizó en las determinaciones experimentales. Se implementó, además, un recubrimiento de espuma de polietileno en los módulos de la columna y de fibra de vidrio en el rehervidor.



**Figura 11.** Columna de destilación reactiva instalada en la Nave-1000

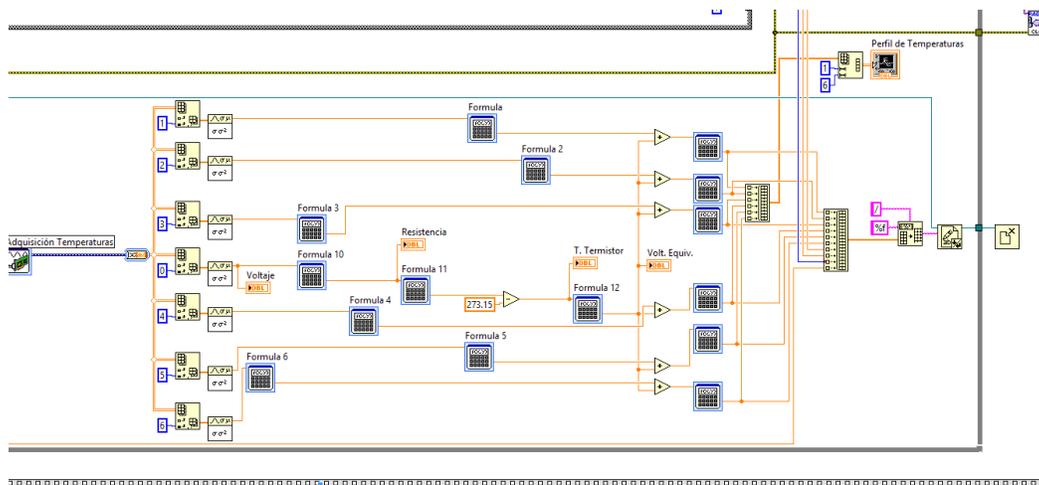
La altura efectiva de la columna fue de 0.9m y estuvo equipada con un control automático de nivel para cuantificar el flujo de reflujo, adquisición de datos de temperatura en línea y, con el fin de minimizar las perturbaciones en la temperatura y composición en el domo de la columna, debido a que la corriente de reflujo se encuentra a una temperatura menor a la temperatura de vapor del domo, se instaló un baño de control de temperatura para regresar la corriente de reflujo a una temperatura similar a la temperatura del domo de la columna.

En la Figura 12 se comprueba la estabilidad del sistema del tanque de balanceo, cuyos parámetros fueron ajustados mediante un método de relevador incluido en el software.



**Figura 12.** Estabilización de la masa en el tanque de balance

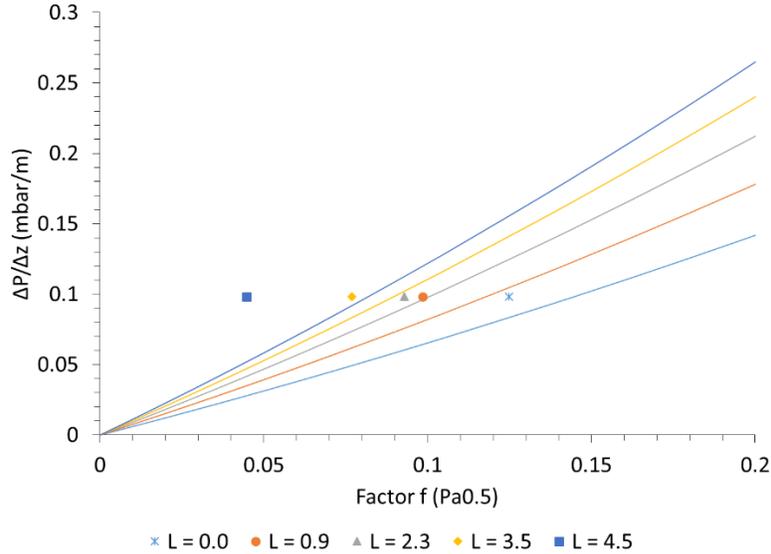
Mientras que en la Figura 13 se presenta una sección del diagrama de bloques que se usó en la adquisición de temperaturas y el registro de los datos recolectados.



**Figura 13.** Parte del diagrama de bloques utilizado en el control de la CDR

### 5.3 Caídas de presión

En la Figura 14 se muestran los resultados experimentales de los valores de caídas de presión (símbolos cuadrados) tanto a condiciones de empaque seco (valores de la derecha, marcados con  $L = 0 \text{ m}^3/\text{m}^2 \text{ h}^{-1}$ ) como para el empaque irrigado para el intervalo de flujos de aire entre  $0$  y  $20 \text{ L min}^{-1}$ , equivalentes a valores de factores de carga (factor-F) entre  $0$  y  $0.2$ . Este intervalo es relativamente bajo puesto que en columnas de escala planta piloto o escala técnica, se acostumbran valores del factor-F entre  $0$  a  $5$ . En este trabajo se utilizó una columna de destilación escala laboratorio (en la literatura abierta no hay reportes de escala laboratorio). Por otro lado, no se trabajó a los intervalos del factor-F recomendados porque la máxima lectura del medidor de flujo másico de aire utilizado fue de  $20 \text{ L min}^{-1}$ , así mismo, la caída de presión máxima que fue posible observar fue de  $1 \text{ mmH}_2\text{O}$ .



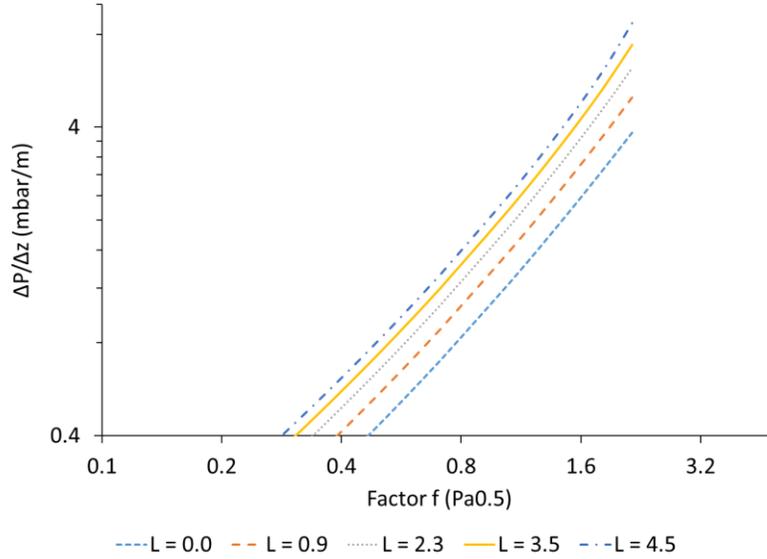
**Figura 14.** Caídas de presión experimentales

Si bien para cada flujo solo fue posible obtener un dato, es posible observar tendencias: El experimento con el empaque seco es el que tiene las caídas de presión más bajas, como habría de esperarse. Sin embargo, en estas condiciones de operación, no se observaron diferencias significativas entre la caída de presión del empaque seco y el empaque pre-mojado. Estas diferencias se observaron hasta el momento de los experimentos a contraflujo de aire-agua, tal como se observa en la Figura 14.

En la misma Figura 14 se muestran las predicciones (líneas sólidas) obtenidas con el modelo semi-empírico propuesto por Gualito et al., (1997) (En el anexo I se reporta la memoria de cálculo). Se observa que dicha ecuación predice satisfactoriamente los datos experimentales de caída de presión de una columna de destilación escala laboratorio, a pesar de que la correlación se propone para flujos de vapor mayores.

$$\frac{\Delta P}{\Delta Z} = \frac{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z}\right)_s}{[1-(1.6+78S)h_L]^5} \quad (5)$$

Por ej., en la Figura 15, se muestra la tendencia de la caída de presión utilizando la ecuación de Gualito et al., (1997) para valores del factor-F convencionales (0 a 5), se observan comportamientos similares a los reportados en Fair y Bravo (1993); Rocha et al., (1993).



**Figura 15.** Caídas de presión calculada

Una desventaja de este método es que no predice la caída de presión en el punto de inundación  $(\Delta P / \Delta Z)_i$ , ni después del mismo. Debido a esto, es necesario suponer un valor o bien utilizar una correlación externa. Se usó la correlación propuesta por Stichlmair (ver memoria de cálculo), sin embargo, como observó Brunazzi, su uso no siempre es adecuado.

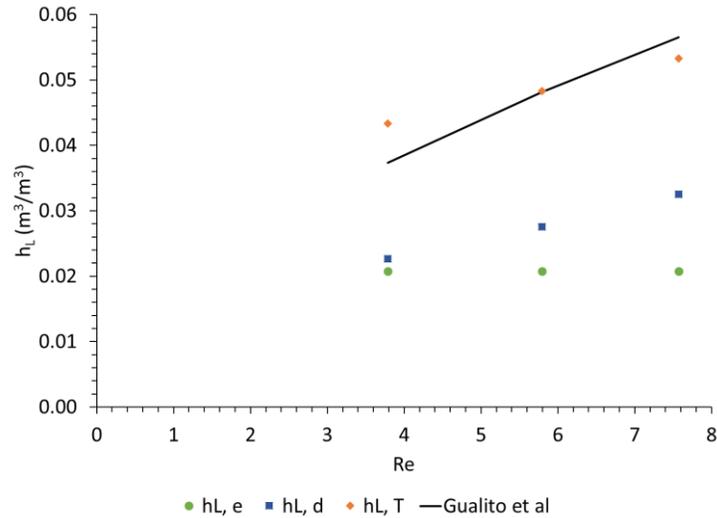
Por otro lado, para determinar la caída de presión a empaque irrigado se necesita conocer, además de la caída de presión a empaque seco,  $(\Delta P / \Delta Z)_s$ , el volumen de retención de líquido total,  $h_L$ . En la Figura 16 se presentan los valores obtenidos del  $h_L$  total, el cual se estima a través de la suma del volumen de retención de líquido dinámico (por el método de drenado) más el volumen de retención de líquido estático (por el método de peso constante después de sumergir el empaque en un volumen de agua).

$$h_L = h_{L,d} + h_{L,e} \quad (6)$$

Los valores obtenidos son similares a los reportados por Suess & Spiegel, (1992), usando una técnica de transmisión por rayos gamma.

La correlación de los datos se realizó con el modelo semi-empírico de Gualito et al., (1997) y hay una buena concordancia entre los datos experimentales y el modelo utilizado.

$$h_L = \left[ \frac{4F_t}{S} \right]^{2/3} \left\{ \frac{3\mu_L U_{LS}}{\rho_L \varepsilon \text{seno } \theta g \left[ \left( \frac{\rho_L - \rho_G}{\rho_L} \right) \left( 1 - \frac{(\Delta P / \Delta Z)_n}{(\Delta P / \Delta Z)_i} \right) \right]} \right\}^{1/3} \quad (7)$$

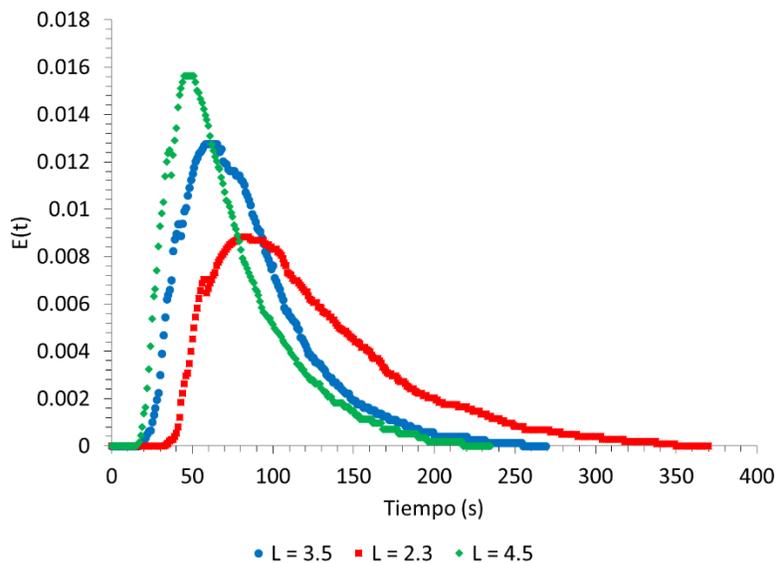


**Figura 16.** Fracción del volumen de retención de líquido total en función del flujo volumétrico de líquido

Al tratarse de empaque estructurado tipo Mellapak, se utilizó el modelo de Gualito et al (1997) [23] debido a que se ha comprobado su efectividad para este tipo de empaques. Si bien hay ecuaciones más recientes, estas suelen ser para otro tipo de empaque estructurado, como las de Brunazzi [24] que aplican para empaques catalíticos, o por otra parte pueden tener buenos resultados, pero ser difíciles de obtener, como las usadas por los simuladores comerciales.

#### 5.4 Distribuciones de tiempo de residencia

En la Figura 17 se presentan las gráficas obtenidas del estudio de las distribuciones de tiempo de residencia (DTR) para tres cargas de líquido (2.3, 3.5 y 4.5 m³/m² h⁻¹), característicos de los regímenes de flujo debajo del punto de carga, en el punto de carga y en la inundación, respectivamente.



**Figura 17.** Distribuciones de tiempos de residencia normalizadas

En las cargas de líquido de 2.3 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> h, la curva de DTR presentan un marcado fenómeno de coleo, indicando que los elementos de fluido no mojan completamente los canales formados entre las láminas corrugadas y se quedan retrasados en los puntos de cruce de las láminas, este comportamiento es característico de una columna que funcionaría debajo del punto de carga. Por otro lado, para la carga de líquido de 3.5 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> h, la curva de DTR presenta una considerable disminución en el fenómeno de coleo y un aumento en la altura de la curva, indicando un mejoramiento en la distribución de los elementos de fluido sobre la superficie de los empaques, ahora la fase líquida mojan de forma más uniforme los canales, disminuye el fenómeno de estancamiento o retraso y los elementos de fluido se renuevan continuamente, se puede decir que la columna funcionaría en un régimen de flujo en el punto de carga. Por último, para la carga de líquido de 4.5 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> h la curva de DTR muestra una marcada asimétrica, con un máximo valor ubicado antes del valor central, informando que hay un exceso de fluido dentro de los canales, el cual fluye por caminos preferenciales, saliendo mucho antes que el promedio de los elementos de flujo, bajo este flujo la columna funcionaría en un régimen arriba del punto de carga o en un régimen de inundación (Moritz y Hasse, 1999).

Con el objetivo de determinar el grado de desviación que presentan los flujos de líquido probados con respecto a un flujo ideal (flujo pistón), se determinó el coeficiente de dispersión axial ( $D_a$ ) o el número de Peclet ( $Pe$ ) a través del método de momentos (tiempo de residencia promedio y desviación estándar) reportado en el apéndice. A partir de estos momentos, se calculó la varianza adimensional, la cual se define como la varianza dividida por el tiempo promedio al cuadrado. En la Tabla 3 se muestran los resultados.

**Tabla 3.** Valores del tiempo de residencia promedio y desviación estándar

flujo (L h <sup>-1</sup> )	$t_m$ (s)	$\sigma^2$ (s <sup>2</sup> )	$\sigma_\theta^2 = (\sigma^2/t_m^2)$
4.95	123.30	3308.95	0.22
7.62	84.28	1495.30	0.21
9.96	71.16	1233.81	0.24

La ecuación que se utilizó para estimar en primera instancia el número de Peclet es la siguiente.

$$\frac{\sigma^2}{t_m^2} = \frac{2}{Pe} - \frac{2}{Pe^2} (1 - e^{-Pe}) \quad (8)$$

La solución de la ecuación anterior se realiza por un método iterativo, el cual consistió de variar el número de  $Pe$  hasta que la diferencia entre el valor de la varianza adimensional experimental y la calculada sea mínima.

Una vez que se obtuvo una primera estimación del número de  $Pe$ , se refinó utilizando las ecuaciones de diseño de reactores no ideales, los modelos que se utilizaron fueron: el Modelo de Dispersión Axial (MDA) y el modelo de Dispersión con Intercambio de Masa entre una Zona Dinámica y una Estancada (PEDM, pos sus siglas en inglés), en la sección de apéndices se presenta la información detallada.

Modelo ADM:

$$\frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \lambda^2} - \frac{\partial \psi}{\partial \lambda} = \frac{\partial \psi}{\partial \theta} \quad (9)$$

Modelo PEDM:

La ecuación de la zona dinámica:

$$\varphi \frac{\partial \psi_d}{\partial \theta} = \frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 \psi_d}{\partial \lambda^2} - \frac{\partial \psi_d}{\partial \lambda} - N(\psi_d - \psi_e) \quad (10)$$

Para la zona estancada:

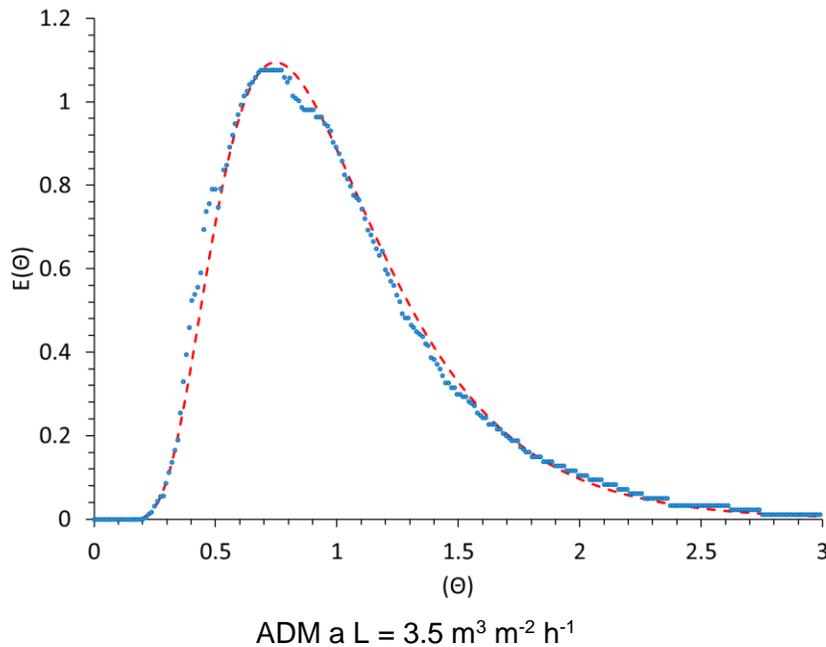
$$(1 - \varphi) \frac{\partial \psi_e}{\partial \theta} = N(\psi_d - \psi_e) \quad (11)$$

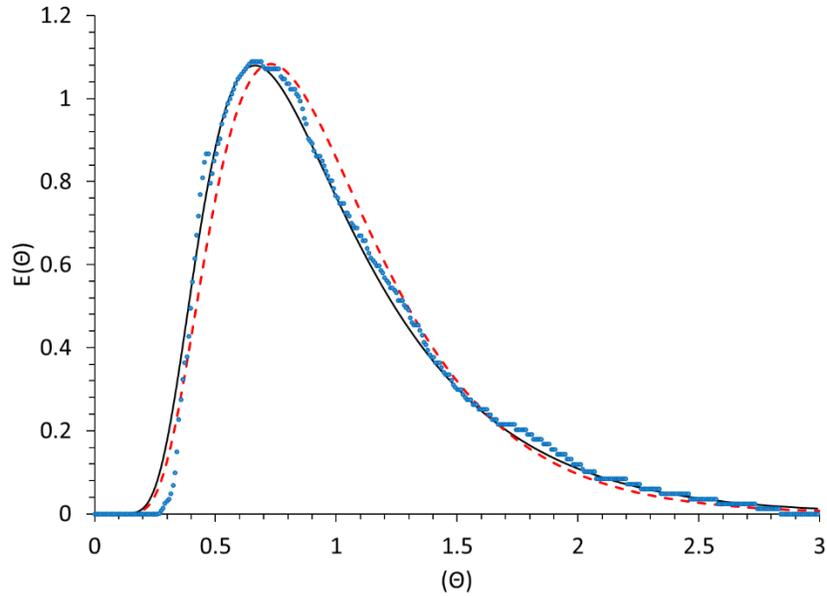
En ambos modelos se utilizaron las condiciones de frontera tipo Dankwerts <sup>[18]</sup>.

$$\text{en } \lambda = 0: \quad \left(-\frac{1}{Pe} \frac{\partial \psi}{\partial \lambda}\right) + \psi = 1 \quad (12) \quad \text{Para } \lambda = 1 \quad \frac{\partial \psi}{\partial \lambda} = 0 \quad (13)$$

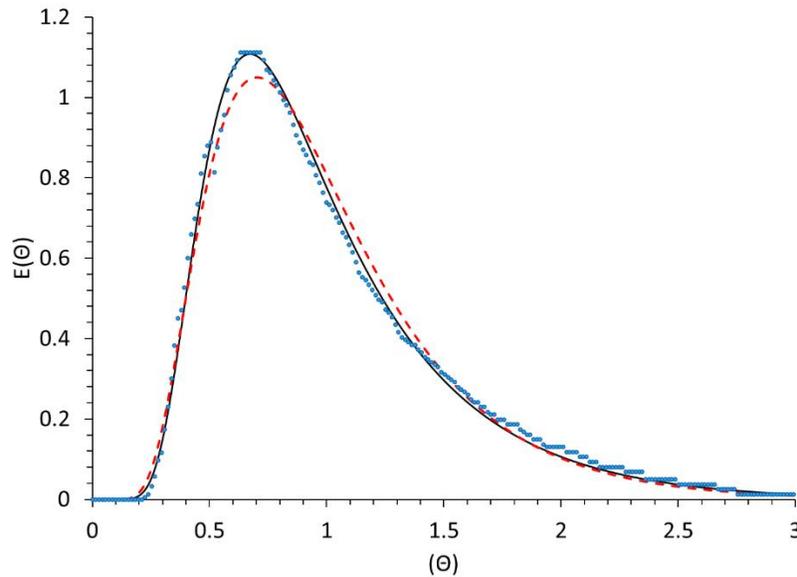
Para resolver los modelos se requiere conocer tres parámetros (Pe, N y  $\varphi$ ), además de transformar las curvas DTR a la forma adimensional ( $E(\theta)$  vs.  $\theta$ ), en la memoria de cálculo se detalla la metodología para encontrar los valores de los parámetros y la adimensionalización de las curvas DTR.

En la Figura 18 se muestra la comparación de las curvas de DTR experimentales (símbolos) contra las calculadas con los modelos propuestos (línea sólida), donde el ADM se marca mediante la línea roja discontinua y el PDEM se visualiza mediante la línea sólida negra.





ADM y PDEM a  $L = 2.3 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$



ADM y PDEM a  $L = 4.5 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$

**Figura 18.** Distribuciones de tiempos de residencia adimensionales y predicciones de los modelos MDA y PEDM

Se observa que para la carga de  $3.5 \text{ L h}^{-1}$  el modelo MDA describe de forma satisfactoria la curva de DTR, mientras que para los flujos de  $2.3$  y  $4.5 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$  se requiere utilizar el modelo PEDM para obtener una descripción adecuada, confirmando que el patrón de flujo dentro de la columna de destilación reactiva presenta estancamiento y flujo preferencial, respectivamente; fenómenos que no se consideran en el modelo MDA.

En la Tabla 4 se muestran los valores de los parámetros utilizados.

**Tabla 4.** Parámetros de los modelos utilizados

Flujo (L h <sup>-1</sup> )	$u$ (m s <sup>-1</sup> )	Re	$h_L$	$D_a$ (m <sup>2</sup> s <sup>-1</sup> )	Pe, ADM	Pe, PDEM	$\phi$	N
4.95	6.32E-04	83.31	0.043	7.52E-05	-	10	0.84	0.6
7.62	9.67E-04	127.48	0.048	1.16E-04	8.37	-	-	-
9.96	1.26E-03	166.62	0.053	1.42E-04	-	10.5	0.85	0.5

En la primera de las tres, se observa que el ADM ajusta de forma satisfactoria el comportamiento experimental, por lo que no es necesaria la inclusión del otro modelo.

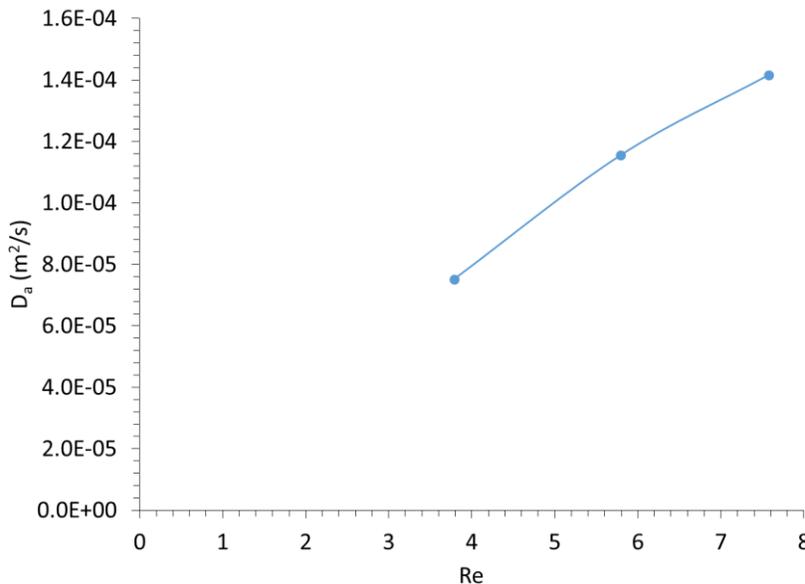
Así mismo, de utilidad más inmediata para este estudio, proporciona una forma de encontrar la fracción de retención del líquido total.

Para esto, se utiliza el flujo volumétrico y el tiempo medio de residencia:

$$h_t = Q \cdot t_m \quad (14)$$

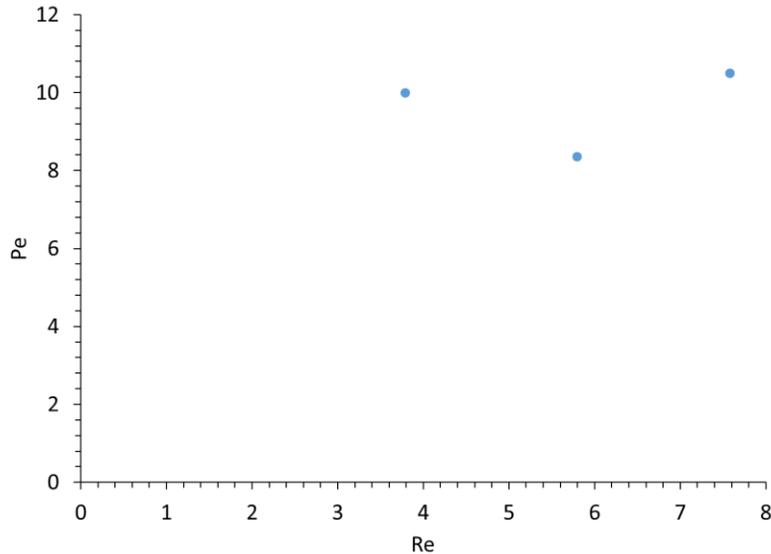
Este parámetro se puede comparar con el obtenido durante los experimentos de caída de presión, observándose que es casi el doble que el obtenido de esta forma. Dados los resultados reportados por Suess en 1992 <sup>[21]</sup>, se prefirieron utilizar los resultados encontrados por drenado del líquido, acercándose más a los reportados con anterioridad.

El estudio de la DTR tiene la utilidad adicional de permitir encontrar las condiciones óptimas para la operación, así como una herramienta de análisis para estudiar los regímenes de flujo y para diagnosticar posibles problemas hidráulicos. Para un reactor tubular, conforme aumenta el número de Reynolds, aumenta el coeficiente de dispersión axial [Rivera et al <sup>[22]</sup>], Resultados similares se obtuvieron en el presente trabajo, en la Figura 19 se muestra la gráfica del  $D_a$  versus Re.



**Figura 19.** Variación del coeficiente de dispersión axial con el número de Reynolds

Sin embargo, el número de Peclet no tiene una variación considerable, lo cual se puede atribuir al incremento en la velocidad del flujo, contrarrestando mayoritariamente el efecto anterior. Esto se traduce en una tendencia a disminuir la dispersión hasta un mínimo, el punto de carga, para después volver a aumentar. De esta forma se puede encontrar el punto óptimo de operación que aprovecha la mayor parte de la superficie del empaque y brinda mayor economía de operación sin entorpecer misma o provocar caídas de presión elevadas. Esta tendencia se puede observar en la Figura 20.

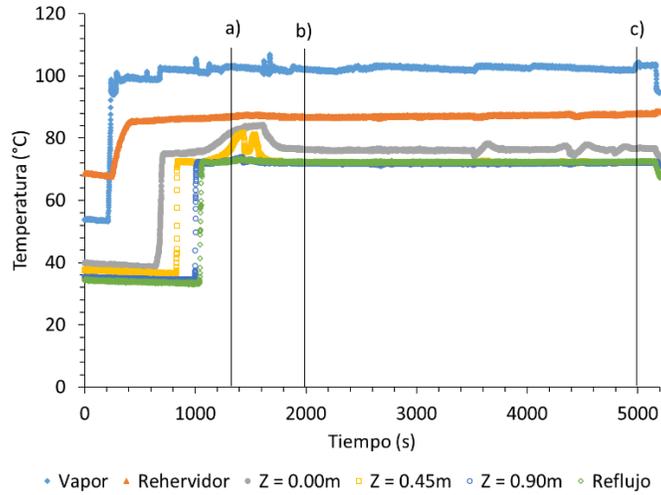


**Figura 20.** Relación entre el número de Reynolds y el número de Peclet

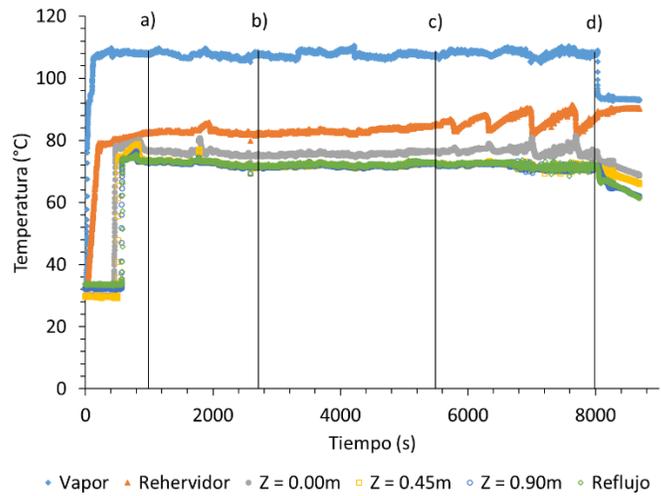
### 5.5 Altura equivalente de plato teórico (HETP)

Para el análisis de la eficiencia de la torre, es necesario calcular la HETP mediante el estudio de las composiciones en los diversos puntos de la columna. En las figuras 21, 22 y 23 se pueden apreciar los perfiles de temperatura a lo largo del tiempo. Al ser un sistema binario, conociendo la presión y la temperatura es posible conocer las composiciones del sistema, mediante las curvas de equilibrio del sistema etanol-agua. Esto se puede corroborar mediante mediciones de índice de refracción. Debido a que no se tomaron muestras de la fase vapor, las composiciones se calcularon a partir de la curva de equilibrio x-y.

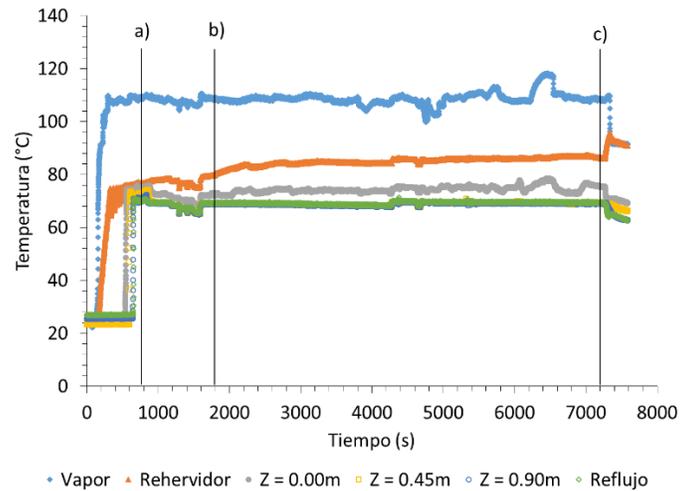
En la figura 21 y 23 se pueden observar tres regiones: desde el inicio del experimento hasta la zona marcada con el inciso a), se tiene un periodo donde el sistema presenta un transitorio que corresponde al paso del vapor hacia el rehervidor, la ebullición de la mezcla y la llegada del vapor hasta el condensador. Posteriormente la región delimitada entre los incisos a) y b) corresponde a un periodo de inestabilidad de la columna, que se causa debido al cambio de composiciones en los fondos, ya que no hay reflujo presente. Dentro del mismo periodo se ve una caída repentina de la temperatura en la parte superior de la columna, que se debe al comienzo del reflujo. Entre el inciso b) y c) se tiene el periodo de mayor estabilidad. Si bien aún se presentan variaciones, su amplitud no es tan pronunciada como en las regiones anteriores y se dan principalmente en la línea de vapor, debido a que el sistema de control es manual y, por consiguiente, relativamente sencillo. Es en esta región donde se realizan las mediciones de composición y flujo másico.



**Figura 21.** Perfil de temperaturas con  $P_v=0.35 \text{ kg/cm}^2$



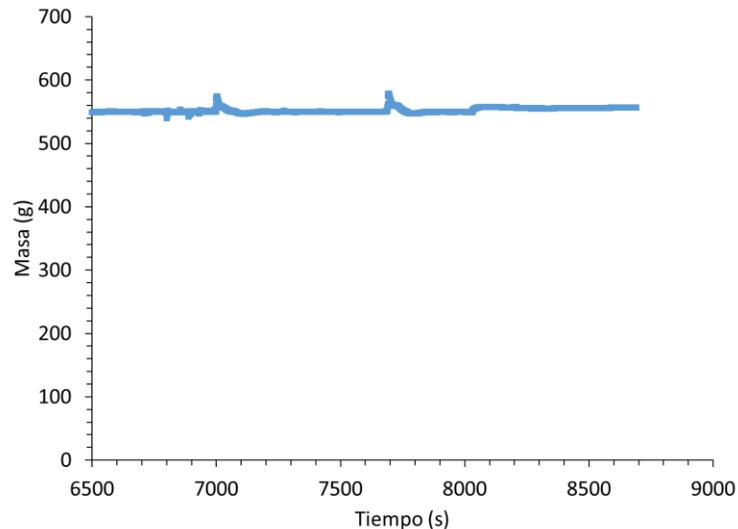
**Figura 22.** Perfil de temperaturas con  $P_v=0.58 \text{ kg/cm}^2$



**Figura 23.** Perfil de temperaturas con  $P_v=0.7 \text{ kg/cm}^2$

Posteriormente, después del inciso c) se ve una caída de la temperatura, causada por el cierre de la válvula del vapor, que corresponde al final del experimento.

Cabe notar que en la figura 22, existe una región adicional, enmarcada entre los incisos c) y d). En esta región existe una variación periódica de la temperatura del rehervidor en la zona que precede al empaque estructurado. La amplitud de estas variaciones se vuelve imperceptible en los termopares superiores de la columna, sin embargo, se observa un ligero cambio en las temperaturas superiores. Estas oscilaciones se deben a una disminución en la tasa de evaporación, lo que produce una mezcla sobrecalentada, hasta que se libera la energía acumulada en una abrupta ráfaga de vapor, lo que se refleja en las mediciones del tanque de amortiguamiento, como se observa en la Figura 24.



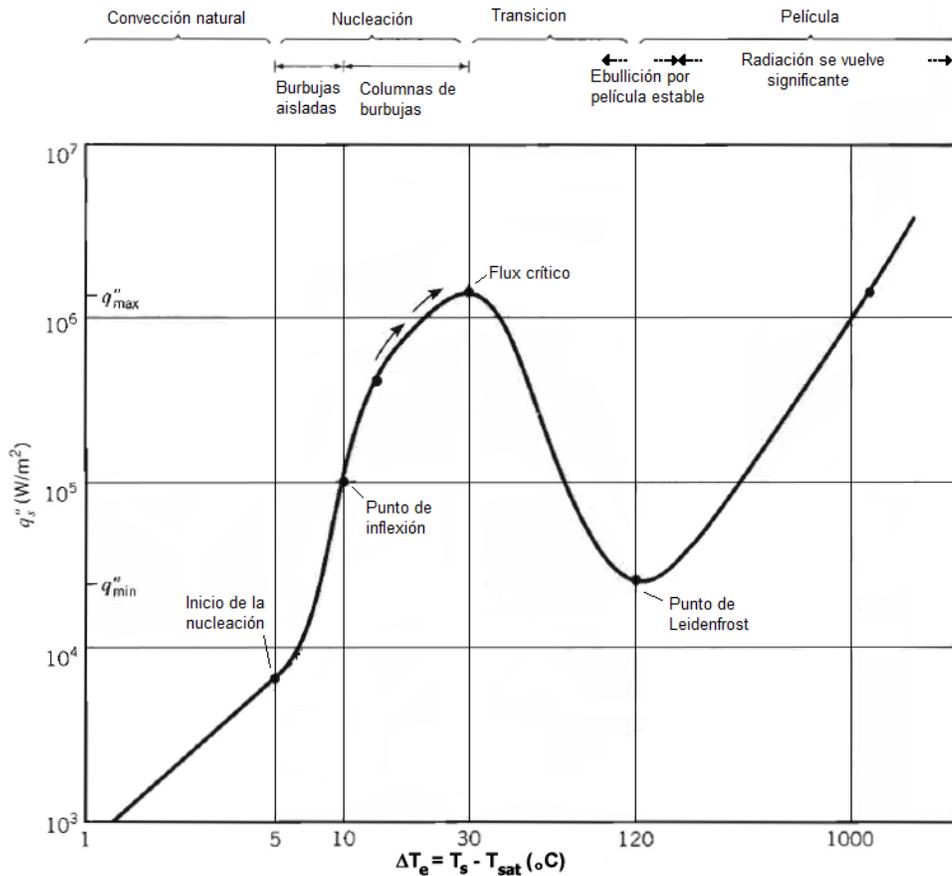
**Figura 24.** Variaciones del flujo de condensado al tanque de amortiguamiento

Las variaciones en la tasa de evaporación, pudieran deberse a la transición del régimen de ebullición <sup>[31]</sup>.

En un sistema donde hay un cambio de fase de líquido a vapor, el flujo de calor al sistema depende principalmente de la diferencia de temperatura entre la pared del intercambiador (en este caso el serpentín metálico) y la mezcla a hervir. En el intervalo de 4°C a 10°C sobre la temperatura de ebullición de un líquido saturado, se observa que la mayor parte de la transferencia de calor se debe a la convección del fluido, sin la formación significativa de burbujas: el líquido se evapora en la superficie. De 10°C a 30°C, se observa la formación de burbujas en puntos de nucleación. Este es el régimen más común en hervidores comerciales. En la Figura 25 se nota que existe un máximo local en la transferencia de calor. A este punto se le conoce como el flux de calor crítico. Este punto se debe a la saturación de los sitios de nucleación. Posteriormente, con una diferencia de temperaturas por lo general entre 30°C y 120°C, se empieza a formar una película de vapor entre la superficie y el líquido, lo que disminuye la cantidad de calor transferido. Existe un mínimo llamado punto de Leidenfrost después del cual la ebullición por película se vuelve estable. A estas temperaturas elevadas, la radiación térmica se convierte en una parte importante de la transferencia de calor.

La transferencia de calor después del flux crítico, es normalmente inestable, debido a que las burbujas no pueden liberarse fácilmente de la superficie, lo que disminuye el

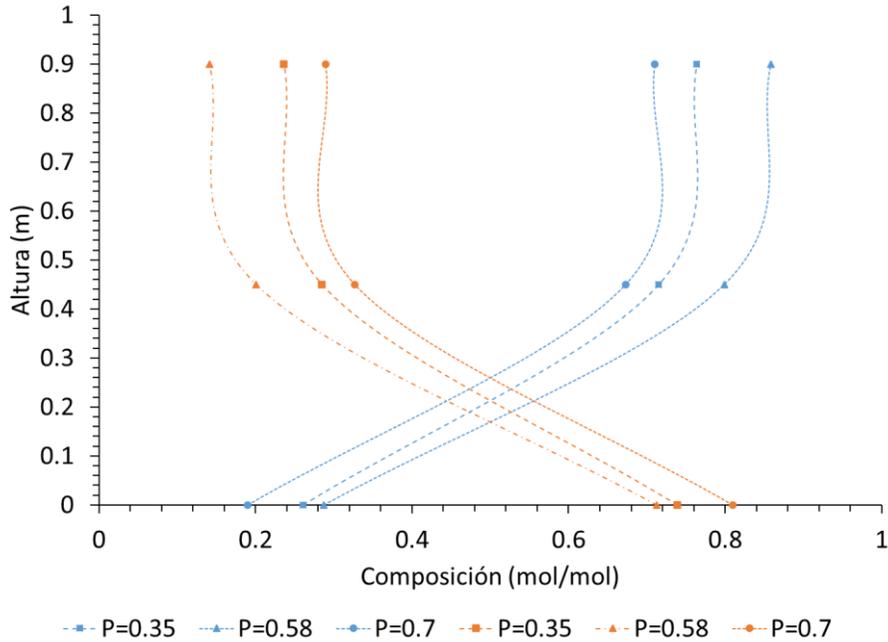
coeficiente de película. En esta región es común que haya oscilaciones entre la ebullición por nucleación y en película. Este fenómeno puede explicar la oscilación observada en las experimentaciones, dado que se tiene una diferencia de temperatura entre la pared del intercambiador y la mezcla experimental de 25°C, considerando una resistencia térmica de pared despreciable.



**Figura 25.** Regímenes de ebullición

En todas las experimentaciones, se encuentra que conforme aumenta la altura del empaque, disminuye la temperatura de la columna. Esto indica el enriquecimiento del etanol a las mayores alturas del empaque. Cabe notar que la diferencia de temperatura entre los termopares a  $Z = 0.45m$  y  $Z = 0.9m$  en todas las corridas fue de aproximadamente  $0.1^{\circ}C$ , lo que señala que la mayor parte de la separación se llevó a cabo en la primera mitad de la columna, además de prácticamente llegar al punto azeotrópico.

En la Figura 26 se presentan los perfiles de composición para las tres corridas experimentales, usando el color azul para el etanol y el naranja para el agua.



**Figura 26.** Perfiles de composición

Conociendo la composición de ambas fases, se procede a calcular la volatilidad relativa promedio de la separación, para lo cual se toman las composiciones del destilado y los fondos como los límites de integración, usando la siguiente expresión:

$$\bar{\alpha} = e^{\left(\int_{x_B}^{x_D} \ln \alpha(x) dx\right)} \quad (15)$$

Donde la volatilidad de la mezcla se define como:

$$\alpha_{ij} = \frac{y_i}{x_i} \cdot \frac{x_j}{y_j} = \frac{K_i}{K_j} \quad (16)$$

Seguido, se calculan el número de etapas teóricas mediante la ecuación de Fenske.

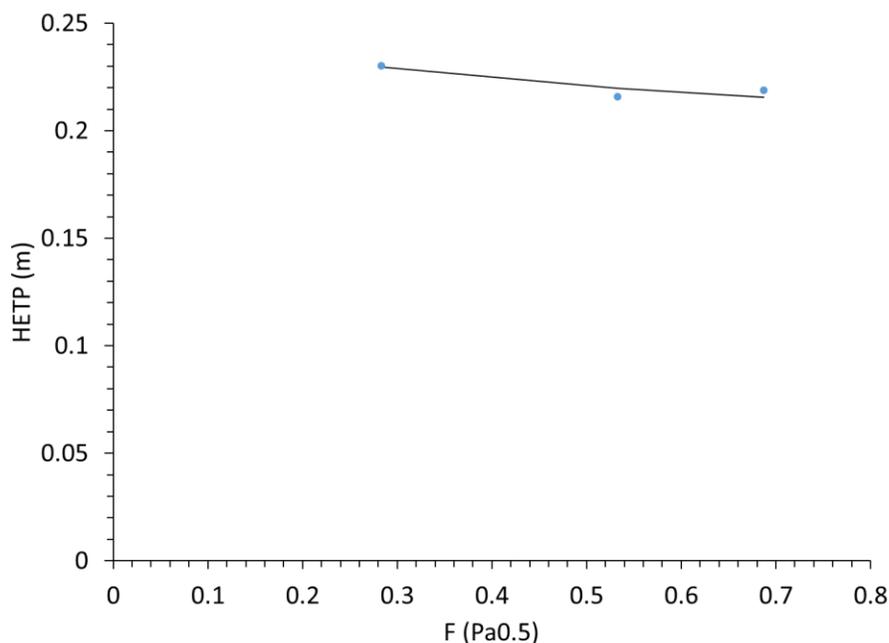
$$N = \frac{\ln\left[\left(\frac{x_d}{1-x_d}\right)\left(\frac{1-x_f}{x_f}\right)\right]}{\ln \bar{\alpha}} \quad (17)$$

Y conociendo la longitud total de la zona empacada, se obtiene la HETP:

$$HETP = \frac{Z}{N} \quad (18)$$

Se siguió utilizando el modelo de Gualito para ajustar la eficiencia de la columna. Fue necesario calcular las propiedades de la mezcla, por lo que se recurrieron a diversas fuentes. Para el cálculo de la densidad, viscosidad y tensión superficial, se usó el simulador ProII. En el caso de los coeficientes de difusividad, se recurrió a la correlación de Fuller et al [28] para calcular la del vapor, mientras que para el líquido se usó la corrección de Einstein al dato obtenido de Kolodner [26] et al.

Debido que se trata de un modelo donde el cálculo de los coeficientes de transferencia de masa está ligado a la fracción de líquido retenido, se procedió a calcular esta con la misma metodología que la sección 5.3.1. Seguido, se calcularon los coeficientes de transferencia de masa y el área efectiva, como se describe en el artículo. El último dato a considerar fue  $m$ . Debido a que se tiene una operación a reflujo total, la pendiente de la línea de operación fue de 1. Por su lado, la pendiente promedio de la curva de equilibrio fue de 1.01, dando un valor de  $m$  de 1.01. Ya con estos datos se calculó la HETP, modificando el factor  $F_{SE}$  hasta minimizar el error encontrado, cuyo comportamiento se puede observar en la figura 27. Se obtuvo un error promedio del 0.2% con desviación máxima de 1.8%. Estos valores son bastantes parecidos a los reportados por Sulzer para el Mellapak 500Y, sin embargo, se observa una tendencia diferente, aumentando al incrementarse el factor  $F$ , mientras que en la experimentación se encuentra una disminución de la HETP al aumentar el flujo, debido a que aumenta la cantidad de líquido retenido y por ende la fracción de área irrigada. Esta diferencia se puede deber al intervalo de operación utilizado.



**Figura 27.** Variación de la HETP con el factor F

En la mayoría de las fuentes, se aprecia cómo al aumentar el factor  $F$ , inicialmente se observa un comportamiento casi independiente del flujo, hasta llegar a un punto donde se alcanza un mínimo y posteriormente la HETP se dispara, punto que corresponde a la inundación, debido a que la torre se llena de líquido y no existe un correcto flujo de ambas fases. En esta experimentación no se alcanzó a observar el punto de inundación, sin embargo, es posible asegurar que la mejor condición es al flujo máximo alcanzable, debido a que se registra la menor altura por plato, pero se debe tener cuidado en la controlabilidad del proceso, pues la bomba pudiera no responder bien a variaciones en el flujo de condensado.

# **Capítulo 6**

# **Conclusiones**

## 6. Conclusiones

En los resultados presentados, queda constatado que fue posible la construcción de una CDR escala laboratorio, instrumentándola tanto para su operación a las condiciones necesarias para su estudio hidráulico y de transferencia de masa, así como para su posterior operación continua en los estudios del sistema reactivo. Se comprobó la estabilidad de los esquemas implementados para el control y adquisición de datos.

Los empaques construidos resultan esencialmente equivalentes a los comerciales, tanto en características geométricas como en operativas, de caídas de presión, retención de líquido y HETP.

A la par de la construcción de los empaques estructurados, se hicieron empaques catalíticos, donde algunas láminas se sustituyen por sacos rellenos de catalizador; sin embargo, estos empaques se caracterizaron en otro estudio. Juntando ambos estudios, además de la cinética de la reacción de interés, es posible el modelado riguroso del sistema, así como la operación y eventual escalado de la CDR. Este equipo forma parte de un proceso de biorrefinación, por lo cual su correcto control es de vital importancia para el proceso.

Si bien los experimentos permitieron la correlación de expresiones para el cálculo de caídas de presión y de HETP, los intervalos en los que se probaron estos parámetros fueron limitados, por lo que pudiera ser conveniente su eventual revisión en futuras experimentaciones cuando se pase de la escala laboratorio, a la escala de planta piloto, con el fin de corroborar que el escalamiento se realice de forma correcta.

Se encontró que, al no haber llegado al punto de inundación, todo el intervalo de flujo presenta caídas de presión aceptables; por otro lado, la separación resultó más eficiente en el flujo más elevado, correspondiente a una carga de líquido de  $4.5 \text{ m}^3 \text{ m}^{-2} \text{ h}^{-1}$ , mientras que el flujo menos disperso se obtuvo a una carga de  $3.2 \text{ m}^3 \text{ m}^2 \text{ h}^{-1}$ .

# **Capítulo 7**

## **Bibliografía**

## 7. Bibliografía

1. Distillation: Fundamentals and Principles (Eds: Andrzej Gorak, Sorensen), 1st ed., Academic Press – Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, 2014. ISBN: 978-0-123-86547-2; Distillation: Operation and Applications (Eds: Andrzej Gorak, Hartmut Schoenmakers), 1st ed., Academic Press – Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, 2014. ISBN: 978-0-123-86876-3; Distillation: Equipment and Processes (Eds: Andrzej Gorak, Zarko Olujić), 1st ed., Academic Press – Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, 2014. ISBN: 978-0-123-86878-7
2. Taylor, R., & Krishna, R. (2000). Modelling reactive distillation. *Chemical Engineering Science*, 55(22), 5183-5229. doi:10.1016/s0009-2509(00)00120-2
3. Treybal, R. E. (1980). *Operaciones de Transferencia de Masa* (2da ed.). México: Mc Graw-Hill.
4. Sundmacher, K., & Kienle, A. (2003). *Reactive distillation: Status and future directions*. Weinheim: Wiley-VCH.
5. Wiley, J. (2014). *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. Weinheim: WILEY-VCH.
6. Domancich, O., Brignole, B., & Hoch, M. (2009). *Structural Analysis of Reactive Distillation Columns*. Argentina: Universidad Nacional del Sur.
7. Quintero, A. R. (2004). *Modelo Dinámico de Una Columna de Destilación Reactiva Para la Hidrodesulfuración de Gasóleo Ligeró*. México: Instituto Politécnico Nacional.
8. Huss, R. S., Chen, F., Malone, M. F., & Doherty, M. F. (2003). Reactive distillation for methyl acetate production. *Computers & Chemical Engineering*, 27(12), 1855-1866. doi:10.1016/s0098-1354(03)00156-x
9. Jr., A. E., Medina, L. C., Mendes, M. F., & Nicolaiewsky, E. M. (2009). HETP evaluation of structured packing distillation column. *Brazilian Journal of Chemical Engineering Braz. J. Chem. Eng.*, 26(3). doi:10.1590/s0104-66322009000300017
10. Cruz, M. R. (2012). *Síntesis de n-Propionato de Propilo por Destilación Reactiva: Estudio Experimental y de Simulación de tres Configuraciones*. División de Ciencias Básicas e Ingeniería. Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa (UAM-I). Recuperado el 26 de abril de 2016, de: <http://tesiuami.izt.uam.mx/uam/aspuam/presentatesis.php?recno=15851&docs=UAMI15851.pdf>
11. M.R. Fenske (1932). *Ind.Eng. Chem.*, Vol. 24: 482.
12. Reay, D. A., Harvey, A., & Ramshaw, C. (2013). *Process Intensification*. Butterworth-Heinemann.
13. Stankiewicz, A. I., & Moulijn, J. A. (2004). *Re-engineering the chemical processing plant: Process intensification*. New York: M. Dekker.
14. S. Skogestad, S. (2007, January). THE DOS AND DON-TS OF DISTILLATION COLUMN CONTROL. *Chemical Engineering Research and Design*, 13-23. doi:10.1205/cherd06133
15. Henley, E. J., & Seader, J. D. (1981). *Equilibrium-stage separation operations in chemical engineering*. New York: Wiley.
16. King, C. J. (1980). *Separation processes*. New York: McGraw-Hill.
17. Webster, J. G. (1999). *The measurement, instrumentation, and sensors handbook*. Boca Raton, FL: CRC Press published in cooperation with IEEE Press.
18. Fogler, H. S. (2006). *Elements of chemical reaction engineering* (4th ed.). Westford, MA: Prentice Hall.

19. Pérez, O. (2014). *Diseño de una columna de destilación reactiva escala laboratorio: Construcción de empaques estructurados*. Tecnológico de Estudios Superiores de Ecatepec.
20. Wragg, A. A. (1999) *5th European Symposium on Electrochemical Engineering*. Rugby, UK: Institution of Chemical Engineers.
21. Suess, P., & Spiegel, L. (1992). Hold-up of Mellapak structured packings. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 31(2), 119-124. doi:10.1016/0255.2701(92)85005-m
22. Rivera, F. F., Cruz-Díaz, M. R., Rivero, E. P., & González, I. (2010). Analysis and interpretation of residence time distribution experimental curves in FM01-LC reactor using axial dispersion and plug dispersion exchange models with closed-closed boundary conditions. *Electrochimica Acta*, 56(1), 361-371. doi:10.1016/j.electacta.2010.08.069
23. Gualito, J. J., Cerino, F. J., Cárdenas, J. C., & Rocha, J. A. (1997). Design Method for Distillation Columns Filled with Metallic, Ceramic, or Plastic Structured Packings. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 36(5), 1747-1757. doi:10.1021/ie960625z
24. Brunazzi, E., Macías-Salinas, R., & Viva, A. (2008). Calculation Procedure For Flooding In Packed Columns Using A Channel Model. *Chemical Engineering Communications*, 196(3), 330-341. doi:10.1080/009863440802359402
25. Arreola Hernández, J. A. (1993). *Estudio y análisis de columnas experimentales de destilación de platos con borboteadores*. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán.
26. Kolodner, P., Williams, H., & Moe, C. (1988). Optical measurement of the Soret coefficient of ethanol/water solutions. *The Journal of Chemical Physics*, 88(10), 6512-6524. doi:10.1063/1.454436
27. Perry, R. R., Green, D. W., & Maloney, J. O. (2010). *Manual del ingeniero químico* (7ma ed.). Madrid: McGraw-Hill.
28. Poling, B. E., Prausnitz, J. M., & O'Connell, J. P. (2004). *The properties of gases and liquids* (5th ed.). New York: McGraw-Hill.
29. Rocha, J. A., Bravo, J. L., & Fair, J. R. (1993). Distillation columns containing structured packings: a comprehensive model for their performance. 1. Hydraulic models. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 32(4), 641-651. doi:10.1021/ie00016a010
30. Hoffmann, A., Noeres, C., & Górak, A. (2004). Scale-up of reactive distillation columns with catalytic packings. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 43(3), 383-395. doi:10.1016/s0255-2701(03)00121-1
31. Karlekar, B. V., & Desmond, R. M. (1985). *Transferencia de calor*. Mexico D.F.: Interamericana.

# **Anexo**

## **Memoria de cálculo**

## Anexo I. Memoria de cálculo

### Cálculos para las caídas de presión

Los valores de la densidad del líquido y del gas se obtuvieron del simulador, mismo que la viscosidad del gas y la tensión superficial del líquido.

Primero, se calcula la caída de presión con el empaque seco. Se da un flujo de gas de 5L/min como ejemplo.

$$Q_G = \frac{5L}{min} \left( \frac{1m^3}{1000L} \right) \left( \frac{1min}{60s} \right) = 8.33 \times 10^{-5} m^3/s$$

$$U_{GS} = \frac{Q_G}{A_c} = \frac{8.33 \times 10^{-5} m^3/s}{\left( \pi \cdot \left( \frac{0.053m}{2} \right)^2 \right)} = \frac{8.33 \times 10^{-5} m^3/s}{0.0022m^2} = 0.038m/s \quad (19)$$

$$\left( \frac{\Delta P}{\Delta Z} \right)_s = \left( \frac{\rho_G}{\rho_{aire}} \right)^{0.4} \left( \frac{0.177 \rho_G U_{GS}^2}{S \varepsilon^2 (\text{seno } \theta)^2} + \frac{88.77 \mu_G U_{GS}}{S^2 \varepsilon (\text{seno } \theta)} \right) \quad (20)$$

$$\left( \frac{\Delta P}{\Delta Z} \right)_s = \left( \frac{0.89}{1.3} \right)^{0.4} \left( \frac{0.177 \cdot 0.89 \cdot 0.038^2}{0.006 \cdot 0.96^2 \cdot 0.707^2} + \frac{88.77 \cdot 1.81 \times 10^{-5} \cdot 0.038}{0.006^2 \cdot 0.96 \cdot 0.707} \right) = 2.21Pa$$

Seguido se calcula el factor de corrección para la fracción de volumen retenido total. Se toma un flujo de líquido de 7.62L/h.

$$Q_L = \frac{5L}{h} \left( \frac{1m^3}{1000L} \right) \left( \frac{1h}{3600s} \right) = 2.11 \times 10^{-6} m^3/s$$

$$U_{LS} = \frac{Q_L}{A_c} = \frac{2.11 \times 10^{-6} m^3/s}{\left( \pi \cdot \left( \frac{0.053m}{2} \right)^2 \right)} = \frac{2.11 \times 10^{-6} m^3/s}{0.0022m^2} = 0.00097m/s \quad (21)$$

$$We_L = \frac{U_{LS}^2 \rho_L S}{\sigma} = \frac{(0.00097m/s)^2 \cdot 999kg/m^3 \cdot 0.006m}{0.072kg/s^2} = 7.93 \times 10^{-6} \quad (22)$$

$$Fr_L = \frac{U_{LS}^2}{Sg} = \frac{(0.00097m/s)^2}{0.006m \cdot 9.81m/s^2} = 1.59 \times 10^{-5} \quad (23)$$

$$Re_L = \frac{U_{LS} S \rho_L}{\mu_L} = \frac{0.00097m/s \cdot 0.006m \cdot 999kg/m^3}{0.001kg/m \cdot s} = 5.79 \quad (24)$$

$$F_t = \frac{(We_L Fr_L)^{0.15} 29.12 \cdot S^{0.36}}{Re_L^{0.2} \varepsilon^{0.6} (1 - 0.93 \cdot \cos \gamma) (\text{seno } \theta)^{0.3}} \quad (25)$$

$$F_t = \frac{(7.93 \times 10^{-6} \cdot 1.59 \times 10^{-5})^{0.15} \cdot 29.12 \cdot 0.006^{0.36}}{5.79^{0.2} \cdot 0.96^{0.6} \cdot (1 - 0.93 \cdot 0.9) (0.707)^{0.3}} = 0.757$$

También se requiere determinar la caída de presión en el punto de inundación, este se obtiene con la siguiente ecuación.

$$\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z}\right)_i = 1500 + 65\,000 \cdot U_{LS} = 1500Pa + 65\,000Pa \cdot s/m \cdot 0.00097m/s = 1562.83Pa \quad (26)$$

Ahora, se tienen todos los datos para determinar la caída de presión a empaque irrigado.

Se inicia el proceso iterativo estableciendo a la caída de presión inicial como la caída de presión en seco, y se calcula el volumen de retención de líquido.

$$h_L = \left[ \frac{4F_t}{S} \right]^{2/3} \left\{ \frac{3\mu_L U_{LS}}{\rho_L \varepsilon \text{seno } \theta g \left[ \left( \frac{\rho_L - \rho_G}{\rho_L} \right) \left( 1 - \frac{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z}\right)_n}{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z}\right)_i} \right) \right]} \right\}^{1/3}$$

$$h_L = \left[ \frac{4 \cdot 0.757}{0.006m} \right]^{2/3} \left\{ \frac{3 \cdot 0.001kg/m \cdot s \cdot 0.00097m/s}{999 \frac{kg}{m^3} \cdot 0.96 \cdot 0.707 \cdot 9.81 \frac{m}{s^2} \left[ \left( \frac{999 \frac{kg}{m^3} - 0.89 \frac{kg}{m^3}}{999 \frac{kg}{m^3}} \right) \left( 1 - \frac{2.21Pa}{1562.83Pa} \right) \right]} \right\}^{1/3} = 0.048$$

$$\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z}\right)_n = \frac{\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z}\right)_s}{[1 - (1.6 + 78 \cdot S)h_L]^5}$$

$$\left(\frac{\Delta P}{\Delta Z}\right)_n = \frac{2.21Pa}{[1 - (1.6 + 78 \cdot 0.006m)0.048]^5} = 3.75Pa$$

Se compara a la caída de presión nueva con la calculada anteriormente. Si el valor es cercano, se detiene la iteración. De no serlo, se vuelve a calcular la fracción volumétrica del líquido utilizando la caída de presión última como la caída de presión de gas nueva, y posteriormente se vuelve a calcular la caída de presión irrigada.

### Cálculos para las DTR

Cálculo de concentración:

El polinomio obtenido a partir de los datos fue  $c = 7.304988 \times 10^{-12} \cdot \kappa^3 + 4.536198 \times 10^{-7} \cdot \kappa^2 + 0.5696324 \cdot \kappa - 45.95433$  donde la conductividad específica se da en  $\mu S/cm$  y la concentración en ppm.

Para pasar de partes por millón a molaridad, se utiliza el siguiente factor de conversión:

$$\left(\frac{1\,mg}{L\,sol}\right) \left(\frac{1\,g}{1000mg}\right) \left(\frac{1\,mol}{74.1533g}\right) = 1.3486 \cdot 10^{-5}$$

Concentración referida a cero:

Para el caso del flujo intermedio, se busca el valor mínimo de la corrida. En este caso, corresponde al inicio del experimento. Posteriormente se resta este valor a los demás del experimento, quedando así prácticamente nivelado.

Concentración (M)
$3.731 \times 10^{-3}$

Cálculo de la masa total de trazador:

La masa del trazador se encuentra mediante la integral de la curva de concentración como se indicó en la ecuación x. Esta integral se realizó mediante la regla de los trapecios, la cual se escribe como:

$$\int_a^b f(x) dx \approx (b - a) \frac{f(a)+f(b)}{2} \quad (27)$$

Donde a y b son los límites de integración inferior y superior, respectivamente.

Ejemplo:

$$\int_0^{92} C_0(t) dt \approx (92 - 91) \frac{1.4861 \times 10^{-2} + 1.4861 \times 10^{-2}}{2} + \int_0^{91} C_0(t) dt =$$

$$1.4861 \times 10^{-2} + 3.6429 \times 10^{-1} = 3.7915 \times 10^{-1}$$

Tiempo (s)	Conc. Ref. a 0	Ct
90	$1.4861 \times 10^{-2}$	$3.4942 \times 10^{-1}$
91	$1.4861 \times 10^{-2}$	$3.6429 \times 10^{-1}$
92	$1.4861 \times 10^{-2}$	$3.7915 \times 10^{-1}$
93	$1.4861 \times 10^{-2}$	$3.9401 \times 10^{-1}$
94	$1.4861 \times 10^{-2}$	$4.0887 \times 10^{-1}$
95	$1.4861 \times 10^{-2}$	$4.2373 \times 10^{-1}$

Cálculo de  $t_m$  y  $\sigma^2$ :

Estos procedimientos son idénticos al anterior, la única diferencia siendo la función a integrar numéricamente; solo se utiliza el último valor encontrado.

Seguido, se calcula la curva de distribución de edades,  $E(t)$ . Esta función está definida como: <sup>[18]</sup>

$$E(t) = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t) dt} \quad (28)$$

Donde la integral de la concentración representa la masa o moles totales del trazador.

Esta función representa cuánto tiempo ha pasado un elemento de fluido dentro del reactor. Así mismo, se puede definir a la función  $F(t)$  como:

$$F(t) = \int_0^t E(t) dt \quad (29)$$

La cual representa la fracción de la masa total de trazador que ha pasado a través del reactor, en un tiempo determinado.

A partir de los datos de la curva  $E(t)$  se pueden calcular varios momentos estadísticos. En este caso, nos interesan los valores del tiempo medio de residencia y la varianza. El primero se calcula mediante la expresión

$$t_m = \int_0^{\infty} tE(t) dt \quad (30)$$

Mientras que la segunda se calcula

$$\sigma^2 = \int_0^{\infty} (t - t_m)^2 E(t) dt \quad (31)$$

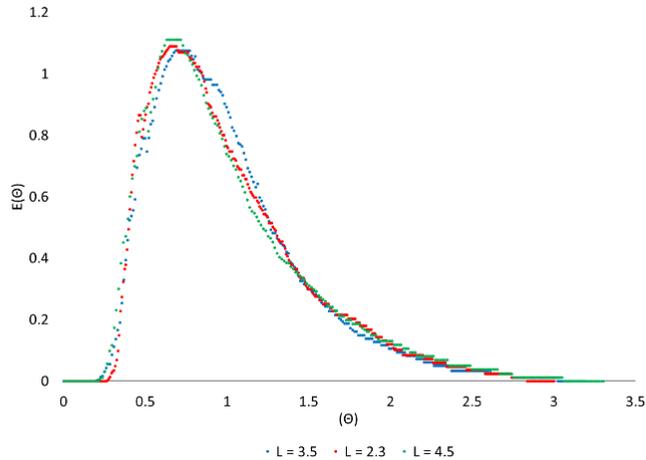
Sin embargo, estos valores no se pueden comparar directamente, debido a que las curvas presentan flujos diferentes. Debido a esto, se utiliza una curva normalizada,  $E(\theta)$  la cual permite comparar las distintas corridas, aun cuando las condiciones del experimento no hayan sido las mismas. Así mismo, los modelos matemáticos de reactores no ideales, están presentados en función de la curva adimensional. Para computar esta función, es necesario primero obtener valores para el tiempo adimensional, definiéndose de la siguiente manera:

$$\theta \equiv \frac{t}{\tau} \quad (32)$$

La función de distribución de edades adimensional ( $E(\theta)$ ) de la curva DTR normalizada se calcula mediante la expresión

$$E(\theta) = \tau E(t) \quad (33)$$

Y se presenta en la figura 28. En esta se puede apreciar cómo las distintas distribuciones se acercan entre sí y presentan comportamientos similares, sobre todo en los momentos finales de la experimentación.



**Figura 28.** Distribuciones de tiempos de residencia adimensionales

Estas ecuaciones diferenciales se suelen resolver mediante métodos numéricos, como elementos finitos. Existen soluciones analíticas, pero involucran series infinitas, y no suelen ser exactas en todo el intervalo de número de Peclet, lo que dificulta su análisis. Uno de los resultados obtenidos de este análisis es una expresión, resulta del uso de la definición de la varianza adimensional para estas curvas aplicada a dicha solución. Esta ecuación, permite un buen ajuste dentro de un considerable intervalo de Pe.

$$\frac{\sigma^2}{\tau^2} = \frac{2}{Pe} - \frac{2}{Pe^2}(1 - e^{-Pe})$$

Así, se iguala la varianza adimensional obtenida experimentalmente con aquella obtenida por la expresión anterior, variando el Peclet hasta que la diferencia sea mínima.

Una vez obtenida esta función, se utiliza el modelo de dispersión para ajustar el comportamiento registrado y así determinar cuál corrida presenta la menor dispersión, lo que permite determinar el punto de carga.

El ADM o modelo de dispersión axial, es un modelo de un parámetro. Este es el coeficiente de dispersión axial,  $D_a$ , el cual es una medida del mezclado interno presente en la columna. En los extremos de este modelo, conforme  $D_a$  tiende a cero, se obtiene una tendencia parecida a la de un reactor de flujo pistón (PFR); cuando  $D_a$  tiende a infinito, el comportamiento se acerca al de un reactor continuo de mezcla perfecta (CSTR). Valores entre estos extremos dan como resultado comportamientos intermedios.

El ADM se obtiene mediante un balance de trazador en el sistema, como se puede encontrar en el Fogler <sup>[18]</sup>. La ecuación diferencial obtenida es la siguiente:

$$D_a \frac{\partial^2 C_T}{\partial z^2} - \frac{\partial(UC_T)}{\partial z} = \frac{\partial C_T}{\partial t}$$

En las cuales se tiene un término de dispersión, uno convectivo y la variación con respecto al tiempo. Las condiciones iniciales suponen que no hay trazador presente en el reactor, pero a  $t = 0$ , se introduce un pulso escalón a la entrada del mismo. Por su parte, las condiciones a la frontera utilizadas se llaman condiciones de Danckwerts, las cuales son

útiles para un sistema cerrado-cerrado, lo que significa que la dispersión solo ocurre dentro del reactor, mas no desde o hacia la entrada y salida, respectivamente.

Estas condiciones se representan de la siguiente forma:

Para  $z = 0$

$$C_{A0} = \frac{-D_a}{U} \left( \frac{\partial C_A}{\partial z} \right) + C_A$$

Para  $z = Z$

$$\frac{\partial C_A}{\partial z} = 0$$

Sin embargo, dada la variedad de reactores, es más común presentar la forma adimensional, la cual es más conveniente, debido a que las variables se reducen al número de Peclet, el cual está definido como:

$$Pe = \frac{UZ}{D_a}$$

Siendo esta cantidad una medida entre la tasa de transferencia de masa convectiva y aquella por difusión.

Así mismo se pueden definir las variables adimensionales  $\psi = C_A/C_{A0}$  y  $\lambda = z/Z$ . Con estas variables, es posible reescribir la ecuación diferencial.

$$\frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \lambda^2} - \frac{\partial \psi}{\partial \lambda} = \frac{\partial \psi}{\partial \theta}$$

A  $t = 0$  y para toda  $z > 0$ ,  $\psi=0$ .

Las condiciones de Danckwerts adimensionales son:

Para  $\lambda = 0$ :

$$\left( -\frac{1}{Pe} \frac{\partial \psi}{\partial \lambda} \right) + \psi = 1$$

Para  $\lambda = 1$

$$\frac{\partial \psi}{\partial \lambda} = 0$$

Una de las desventajas de este modelo es que no suele ajustar correctamente las largas colas características de ciertos reactores. Debido a esto, se presenta la alternativa en el modelo de flujo pistón con intercambio y difusión o PDEM, por sus siglas en inglés. Este modelo se diferencia del anterior en la inclusión de una zona estancada dentro del reactor, la cual transfiere masa con la zona dinámica, lo que ayuda a modelar mejor las colas de las DTR. La desventaja de este modelo es la inclusión de otra ecuación diferencial, así como de dos parámetros ajustables, lo que prácticamente imposibilita el uso de una solución analítica y dificulta el ajuste. Estos parámetros adicionales son  $\phi$ , que representa la relación de la fracción de líquido retenido en la zona dinámica y la fracción total, así como  $N$ , que

representa el número de unidades de transferencia de masa disponibles entre ambas zonas.

Aunque la interpretación física de la zona estancada no es estricta, este modelo tiene la capacidad de dar información adicional sobre la hidráulica del sistema. Un ejemplo es la tendencia de  $\varphi$  a aumentar conforme aumenta el número de Reynolds, lo que indica que mayor parte del líquido se encuentra en movimiento en relación con la fracción que se queda estancada. De igual forma en general al aumentar el flujo se observa mayor eficiencia de la transferencia de masa entre ambas zonas. El efecto se puede conjuntar en el producto de  $\varphi$  y  $N$ , donde un valor más elevado se traduce en menor coe, como lo nota el equipo de J. González García en su trabajo presentado en el 5° simposio europeo de ingeniería electroquímica [20].

Rivera et al proponen una metodología para encontrar los parámetros en el estudio de un reactor electroquímico, sin embargo sería necesario adaptar una metodología para determinar el coeficiente volumétrico de transferencia de masa entre la zona estancada y dinámica para usar su propuesta. Se tiene que aun así es necesario refinar los valores para ajustar el comportamiento.

Los subíndices d y e indican las zonas dinámica y estancada, respectivamente.

La ecuación de la zona dinámica es:

$$\varphi \frac{\partial \psi_d}{\partial \theta} = \frac{1}{Pe} \frac{\partial^2 \psi_d}{\partial \lambda^2} - \frac{\partial \psi_d}{\partial \lambda} - N(\psi_d - \psi_e)$$

Para la zona estancada:

$$(1 - \varphi) \frac{\partial \psi_e}{\partial \theta} = N(\psi_d - \psi_e)$$

Para el primer experimento,  $\sigma_o = 0.21$ . Resolviendo para  $Pe = 8.36$  se obtiene que

$$\frac{2}{8.36} - \frac{2}{8.36^2} (1 - e^{-8.36}) = 0.21$$

Por lo que se tiene el mejor ajuste de este método.

Para la solución numérica de las ecuaciones diferenciales con sus respectivas condiciones a la frontera de los modelos ADM y PDEM se utilizó el software comercial FlexPDE en su versión para estudiantes.

Para las demás corridas, donde el ADM no ajustó correctamente, se utilizó el valor obtenido de la ecuación anterior como primera aproximación y seguido se ajustaron los demás parámetros hasta encontrar la curva que mejor se ajustara a los datos experimentales.

## Cálculos para la HETP

Además de las propiedades necesarias para calcular la caída de presión, fue necesario obtener los coeficientes de transferencia de masa de ambas fases. Para el vapor, se usó la correlación de Fuller et al <sup>[28]</sup>:

$$D_{AB} = \frac{0.00143T^{1.75}}{PM_{AB}^{1/2}[(\Sigma v)_A^{1/3} + (\Sigma v)_B^{1/3}]^2} \quad (34)$$

$$D_{AB} = \frac{0.00143 \cdot 350.1K^{1.75}}{1Bar \cdot 28.75^{1/2}[13.1^{1/3} + 49.46^{1/3}]^2} = 0.28 \frac{cm^2}{s}$$

Siendo  $\Sigma v$  el volumen de difusión de cada molécula, el cual se puede calcular mediante tablas, como las encontradas en la última referencia y  $M_{AB}^{1/2}$  el peso molecular promedio.

Para el líquido, se utilizaron los datos proporcionados por Kolodner <sup>[26]</sup> y realizando una corrección por temperatura mediante la ecuación de Stokes-Einstein <sup>[27]</sup>:

$$\frac{D_{T_1}}{D_{T_2}} = \frac{T_1 \mu_{T_2}}{T_2 \mu_{T_1}} \quad (35)$$

Los coeficientes individuales de transferencia de masa se calcularon según las ecuaciones propuestas por Gualito. Para el gas:

$$k_G = 0.054 \left( \frac{D_G}{s} \right) \left( \frac{(U_{Ge} + U_{Le}) \rho_{GS}}{\mu_G} \right)^{0.8} \left( \frac{\mu_G}{\rho_G D_G} \right)^{0.33} \quad (36)$$

$$k_G = 0.054 \left( \frac{2.8 \times 10^{-5} \frac{m}{s}}{0.006m} \right) \left( \frac{(0.41 \frac{m}{s} + 0.02 \frac{m}{s}) 0.89 \frac{kg}{m^3} 0.006m}{0.001kg/m \cdot s} \right)^{0.8} \left( \frac{0.001kg/m \cdot s}{0.89 \frac{kg}{m^3} 2.8 \times 10^{-5} \frac{m}{s}} \right)^{0.33}$$

$$= 0.015 \frac{m}{s}$$

Donde  $U_{Ge}$  y  $U_{Le}$  son las velocidades efectivas del gas y del líquido, respectivamente, definidas como:

$$U_{Ge} = \frac{U_{GS}}{\varepsilon(1-h_L) \sin \theta} = \frac{0.28m/s}{0.96 \cdot 0.97 \cdot 0.707} = 0.41m/s \quad (37)$$

$$U_{Le} = \frac{U_{LS}}{\varepsilon h_L \sin \theta} = \frac{0.00037m/s}{0.96 \cdot 0.026 \cdot 0.707} = 0.02m/s \quad (38)$$

El coeficiente del líquido se encuentra con:

$$k_L = 2 \sqrt{\frac{D_L U_{Le}}{\pi S}} = 2 \sqrt{\frac{2.15 \times 10^{-9} m/s \cdot 0.02m/s}{3.14159 \cdot 0.006m}} = 9.635 \times 10^{-5} m/s \quad (39)$$

Ahora, se encuentra el área efectiva del empaque, usando la siguiente ecuación:

$$a_e = \frac{(We_L Fr_L)^{0.15} 29.12 \cdot S^{0.36}}{Re_L^{0.2} \varepsilon^{0.6} (1 - 0.93 \cdot \cos \gamma) (\text{seno } \theta)^{0.3}} \cdot \left[ \frac{1.2}{1 + 0.2 e^{30(U_{LS}/2U_{GS})}} \right] \cdot F_{SE} \cdot a_p \quad (40)$$

$$a_e = \frac{(7.93 \times 10^{-6} \cdot 1.59 \times 10^{-5})^{0.15} \cdot 29.12 \cdot 0.006 m^{0.36}}{5.79^{0.2} \cdot 0.96^{0.6} \cdot (1 - 0.93 \cdot 0.9)(0.707)^{0.3}} \cdot \left[ \frac{1.2}{1 + 0.2 e^{30\left(\frac{0.00037 m/s}{2 \cdot 0.28 m/s}\right)}} \right] \cdot 0.28$$

$$\cdot 493 m^2 = 93.95 m^2$$

Se puede apreciar que esta ecuación es prácticamente igual al factor  $F_t$  usado para el cálculo de la fracción de volumen retenido total. La única diferencia es la inclusión de un factor de corrección, que influye principalmente a presiones altas, representado por la porción incluida entre corchetes y el factor  $F_{SE}$ , que es un factor que depende de las propiedades superficiales del empaque, por lo que está en función del material y el acabado del empaque. En el artículo de Gualito, este factor depende del tipo de empaque, englobándose de forma general por material. Sin embargo, el acabado de una lámina comercial no es la misma que la conseguida en este trabajo. Por este motivo, se modificó este factor hasta minimizar el error de la HETP.